

Forschungsbericht 2020-34

Die Geometriekorrektur von Faser- verbundbauteilen auf Epoxidharzbasis im modifizierten Temperprozess – Prozessentwurf und Auswirkungen

Jochen Schmidt

Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt
Institut für Faserverbundleichtbau
und Adaptronik
Braunschweig

190 Seiten
96 Bilder
29 Tabellen
127 Literaturstellen



DLR

Deutsches Zentrum
für Luft- und Raumfahrt

TU Braunschweig – Niedersächsisches
Forschungszentrum für Luftfahrt

Berichte aus der Luft- und Raumfahrttechnik

Forschungsbericht 2020-14

Die Geometriekorrektur von Faserverbundbauteilen auf Epoxidharzbasis im modifizierten Temperprozess – Prozessentwurf und Auswirkungen

Jochen Schmidt

Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt
Institut für Faserverbundleichtbau und Adaptronik
Braunschweig

Diese Veröffentlichung wird gleichzeitig in der Berichtsreihe „NFL
- Forschungsberichte“ geführt.

Diese Arbeit erscheint gleichzeitig als von der Fakultät für Maschinenbau der Technischen Universität Carolo-Wilhelmina zu Braunschweig zur Erlangung des akademischen Grades eines Doktor-Ingenieurs genehmigte Dissertation.

Die Geometriekorrektur von Faserverbundbauteilen auf Epoxidharzbasis im modifizierten Temperprozess – Prozessentwurf und Auswirkungen

Von der Fakultät für Maschinenbau
der Technischen Universität Carolo-Wilhelmina zu Braunschweig

zur Erlangung der Würde
eines Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.)
genehmigte Dissertation

von: Dipl.-Ing. Jochen Schmidt
aus (Geburtsort): Schweinfurt

eingereicht am: 6.5.2020
mündliche Prüfung am: 23.9.2020

Gutachter: Prof. Dr.-Ing. Martin Wiedemann, TU Braunschweig
Prof. Dr.-Ing. Dieter Meiners, TU Clausthal
Prof. Dr.-Ing. Peter Horst, TU Braunschweig

Vorsitzender: Prof. Dr.-Ing. Klaus Dilger, TU Braunschweig

Kurzfassung

Die Kombination der Halbzeuge mit ihren unterschiedlichen Eigenschaften und die notwendigen Aushärteprozesse in einem Formwerkzeug bringen bei Faserverbundbauteilen mit Duromermatrix Geometrieabweichungen mit sich. Ein großer Teil dieser Abweichungen kann durch Maßnahmen im Vorfeld reduziert werden. Dazu zählen die Optimierung der Temperaturführung im Aushärteprozess oder das gezielte Vorhalten der Abweichungen in der Werkzeuggeometrie. Trotzdem gibt es Anwendungsgebiete, wie die Herstellung von laminar umströmten Profilen oder von Strukturen mit sehr niedriger Radarsignatur, bei denen die bekannten Verfahren an ihre Grenzen stoßen. Dies gilt auch dann, wenn Komponenten derartiger bestehender Baugruppen ausgetauscht werden müssen. Daher ist es das Ziel, einen neuen Weg aufzuzeigen, wie Faserverbundbauteile mit Kunststoffmatrix mit sehr hohen Anforderungen an die Maßhaltigkeit gefertigt oder in ihrer Geometrie angepasst werden können. Darüber hinaus soll beurteilt werden können, inwieweit sich unterschiedliche Temperaturführungen bis zur vollständigen Aushärtung und auch der Verformungsprozess selbst auf die mechanischen Eigenschaften des Verbundwerkstoffes auswirken.

Der gezielt herbeigeführte Übergang der Epoxidharzmatrix vom glasartigen in den gummielastischen Zustand während der Aushärtung bringt ein gewisses Potenzial zur plastischen Verformung von Faserverbundbauteilen in einem zweistufigen Aushärteprozess mit sich. Dies wird bisher in passiven Korrekturprozessen genutzt, bei denen die Verbundbauteile in starre Vorrichtungen gezwungen und dadurch verformt werden. So ist es allerdings weder möglich, eine bauteilindividuelle Korrektur vorzunehmen, noch können prozesskritische Werte, wie aufgebrachte Dehnungen oder der aktuelle Aushärtezustand, berücksichtigt werden. Die Fortschritte bei den Simulationsmethoden und insbesondere bei der Sensortechnik und Datenverarbeitung erlauben es nun, diesen Prozess aktiv und kontrolliert zu gestalten. Im Rahmen der Arbeit werden die dazu notwendigen Fähigkeiten aus dem Prozessentwurf abgeleitet und hinsichtlich ihrer Nutzbarkeit unter den während der Aushärtung herrschenden Randbedingungen überprüft. Darüber hinaus werden die Verformungs- und damit verbunden auch die Schädigungsmechanismen beschrieben, um die Grenzen des Korrekturprozesses aufzeigen zu können. Am Beispiel eines glasfaserverstärkten Epoxidverbundes wird schrittweise experimentell untersucht, wie sich die Temperaturführung und die aufgebrachte Verformung im Temperprozess auf die Eigenschaften der Matrix, des Faser-Matrix-Interfaces und des Verbundwerkstoffes auswirken. Abschließend werden die prozessinduzierten Spannungen quantifiziert und bewertet, die durch eine solche Prozessführung im Laminat hervorgerufen werden. So gibt die Arbeit dem Leser einen neuartigen Prozessentwurf zur Herstellung geometrisch hochpräziser Faserverbundbauteile an die Hand und legt dabei sowohl die Grenzen als auch die damit verbundenen Vor- und Nachteile dar. Die Ergebnisse der Materialversuche bieten dem Leser Anhaltspunkte für den Entwurf von Aushärteprozessen im Spannungsfeld zwischen geometrischer Präzision und mechanischer Leistungsfähigkeit.

Abstract

The different mechanical properties of resin and reinforcement fibers lead to geometric distortions of the composite part resulting from the curing process. A large part of these geometry deviations can be reduced by taking measures in advance. This includes the optimization of the curing temperature profile or the adaption of the tool geometry. Nonetheless, there are areas of application, such as the production of natural laminar flow wings or low radar cross section structures, in which the known methods may not be sufficient to fulfill the accuracy requirements. This also applies if components of such composite structures have to be replaced. Therefore, it is the aim of this thesis to show a novel way of how thermoset composite components with very challenging accuracy requirements can be manufactured by adjusting their shape during the post cure. In addition it is investigated to which extent different curing temperature profiles and the shape adjustment process itself affect the mechanical properties of the composite material.

The controlled transition of a thermoset resin from the glassy to the rubber-elastic state during curing enables limited plastic deformation of epoxy composite parts in a two-stage curing process. So far, this has been used in passive adjustment processes in which the composite components are attached to rigid jigs and thereby deformed. However, this passive approach neither enables part specific adjustment, nor can process-critical variables such as applied strain or the current state of cure be taken into account. The advances in simulation methods, sensor technology and data processing enable a new process setup in which the properties of the composite component are adjusted in an actively controlled manner. As part of the thesis, the systems required to perform this adjustment process are derived from the flow chart and checked for their usability under curing conditions. In addition, the mechanisms that allow plastic deformation of a thermoset laminate and the resulting failure modes are examined in order to show the limits of the adjustment process. Step-by-step experiments on glass fiber reinforced epoxy specimens are carried out to investigate how the curing temperature profile and the deformation applied in the post cure step affect the properties of the matrix, the fiber matrix interface and the composite material. Finally, the process-induced strains caused by such an adjustment during post cure are evaluated.

The thesis provides the reader with a novel process design for the manufacturing of high accuracy fiber composite components and points out the limits and the associated advantages and disadvantages. The results of the material tests can be used as guidelines to balance the requirements of accuracy, mechanical performance and runtime of a new curing process.

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand im Rahmen meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Faserverbundleichtbau und Adaptronik des Deutschen Zentrums für Luft- und Raumfahrt e.V. in Braunschweig.

Ich bedanke mich bei der Institutsleitung für die uneingeschränkte Unterstützung und besonders bei Prof. Dr.-Ing. Martin Wiedemann für die motivierenden fachlichen Diskussionen und für die Hilfe beim Formen der Arbeit. Darüber hinaus danke ich Prof. Dr.-Ing. Dieter Meiners und Prof. Dr.-Ing. Peter Horst für die Übernahme der Rolle als Gutachter und für die angenehme Zusammenarbeit. Herrn Prof. Dr.-Ing. Klaus Dilger danke ich für die Übernahme des Vorsitzes der Prüfungskommission.

Dr.-Ing. Markus Kleineberg und Michael Hanke verdanke ich viel, sie schufen für mich ein Umfeld, in dem ein kreatives Arbeiten erst möglich wurde. Wibke Exner und Monika von Monkiewitsch möchte ich für ihre Geduld bei der Erklärung der chemischen Grundlagen und für die Unterstützung bei der Charakterisierung der verwendeten Harzsysteme danken. Die abteilungsübergreifende, unkomplizierte Zusammenarbeit mit Robert Hein und Robert Prussak brachte mir sehr viel Spaß und Wissen und hat zum richtigen Zeitpunkt ein Quäntchen Motivation beigesteuert. Meinen ehemaligen Büromitbewohnern Benjamin Gramüller und Ali al Lami danke ich für die vielen fachlichen und noch viel mehr für die fachfremden Diskussionen. Darüber hinaus gilt mein Dank auch Oliver, Enno, Lutz, Thomas, Dominic, Sarah, Manuel, Hardy, Alfred, Alex und Nico für die vielen Gesprächsrunden bei Heiß- und Kaltgetränken. Besonderer Dank gebührt allen Studenten, mit denen ich in meiner Zeit am DLR zusammenarbeiten durfte. Sie haben einen entscheidenden Beitrag zum Gelingen meiner Arbeit geleistet.

Von ganzem Herzen danke ich meiner Familie und meinen Freunden für den Rückhalt, dessen ich mir immer sicher sein kann und für die unermüdlichen Hinweise, dass es da ja noch etwas zu tun gab.

Inhaltsverzeichnis

| | |
|---|-------------|
| Inhaltsverzeichnis | I |
| Abkürzungsverzeichnis | V |
| Lateinische Symbole | VI |
| Griechische Symbole | VIII |
| 1. Einleitung | 1 |
| 1.1 Ziel der Arbeit..... | 1 |
| 1.2 Motivation zur Untersuchung des Korrekturprozesses | 2 |
| 1.3 Gliederung der Arbeit | 4 |
| 1.4 Einordnung in den wissenschaftlichen Kontext..... | 5 |
| 1.5 Die Einsatzgebiete hochpräziser Faserverbundkomponenten..... | 6 |
| 2. Grundlagen | 8 |
| 2.1 Das Aushärteverhalten von Epoxidharzsystemen..... | 8 |
| 2.1.1 Die chemische Vernetzung | 8 |
| 2.1.2 TTT und CTT Diagramm..... | 10 |
| 2.1.3 Wichtige Begriffe im Kontext der Aushärtung von Epoxidharzen..... | 12 |
| 2.1.4 Die Verknüpfung von Aushärtegrad und Glasübergangstemperatur | 16 |
| 2.1.5 Das Materialverhalten beim Überschreiten der Glasübergangstemperatur..... | 17 |
| 2.2 Bekannte, ähnliche Fertigungskonzepte für Faserverbundbauteile mit Epoxidharzmatrix..... | 18 |
| 2.2.1 Herstellung und Weiterverarbeitung von Prepreg..... | 18 |
| 2.2.2 Die Umformung duroplastischer Halbzeuge..... | 19 |
| 2.2.3 Advanced Pultrusion | 20 |
| 2.2.4 Hot Sizing Process | 20 |
| 2.2.5 Patent zur Herstellung geometrisch präziser Faserverbundbauteile mit Duromermatrix..... | 21 |
| 2.3 Erzielbare Toleranzen am Beispiel einer Demonstratorgeometrie | 21 |
| 2.4 Zusammenfassung | 23 |
| 3. Prozessentwurf und notwendige Fähigkeiten | 24 |
| 3.1 Prozessentwurf zur Geometriekorrektur im Temperprozess | 24 |
| 3.1.1 Beschreibung des Lösungsansatzes..... | 25 |
| 3.1.2 Entwicklung einer Prozessarchitektur | 26 |
| 3.1.3 Entwurf einer Temperaturführung | 31 |
| 3.1.4 Konzept zur Überprüfung der Umsetzbarkeit | 33 |

| | | |
|-----------|--|-----------|
| 3.2 | Benötigte Fähigkeiten zur Geometriekorrektur im Temperprozess | 34 |
| 3.2.1 | Erfassung des Aushärtezustandes im Temperprozess | 34 |
| 3.2.2 | Verfolgung der Bauteilgeometrie..... | 37 |
| 3.2.3 | Aufbringen der Verformung unter Prozessbedingungen | 40 |
| 3.3 | Charakterisierung des Epoxidharzes Hexcel RTM6 1K | 42 |
| 3.3.1 | Zusammensetzung von RTM6 1K | 42 |
| 3.3.2 | Gesamtenthalpie von RTM6 1K | 44 |
| 3.3.3 | Verknüpfung von Aushärtegrad und Glasübergangstemperatur bei RTM6 1K... 44 | |
| 3.3.4 | Verglasungszeit von RTM6 1K | 45 |
| 3.3.5 | Der Gelpunkt von RTM6 1K | 47 |
| 3.4 | Charakterisierung des Epoxidharzes Huntsman LY564 / Aradur 22962..... | 48 |
| 3.4.1 | Zusammensetzung von LY564/Aradur 22962 | 48 |
| 3.4.2 | Gesamtenthalpie von LY564 / Aradur 22962 | 50 |
| 3.4.3 | Verknüpfung von Aushärtegrad und Glasübergangstemperatur bei LY564 / Aradur 22962 | 51 |
| 3.4.4 | Verglasungszeit von LY564 / Aradur 22962 | 53 |
| 3.4.5 | Der Gelpunkt von LY564 / Aradur 22962 | 54 |
| 3.5 | Zusammenfassung | 55 |
| 4. | Materialverhalten beim Überschreiten der Glasübergangstemperatur | 56 |
| 4.1 | Experimentelle Untersuchung des Verhaltens der Matrix beim Überschreiten der Glasübergangstemperatur | 56 |
| 4.1.1 | Versuchsaufbau und –durchführung einer dynamisch-mechanischen Analyse an Reinharzproben mit paralleler dielektrischer Analyse | 56 |
| 4.1.2 | Ergebnisse der dynamisch - mechanischen Analyse..... | 59 |
| 4.2 | Verhalten des Laminats bei plastischer Verformung durch Biegung oberhalb der Glasübergangstemperatur | 63 |
| 4.2.1 | Mechanismen zur plastischen Verformung des Laminats durch Biegung oberhalb der Glasübergangstemperatur..... | 63 |
| 4.2.2 | Sichtbare Schädigungsarten bei zu starker Umformung im Temperprozess | 66 |
| 4.3 | Quantifizierung der Grenzen des Umformprozesses oberhalb der aktuellen Glasübergangstemperatur der Matrix | 72 |
| 4.3.1 | Beschreibung des aktiven Vierpunktbiegeversuchs während des Post-Cure-Prozesses..... | 72 |
| 4.3.2 | Ermittlung der maximal erzielbaren Umformung in Abhängigkeit vom Lagenaufbau..... | 78 |
| 4.3.3 | Ermittlung der Streuung des Umformprozesses..... | 82 |
| 4.4 | Kritische Betrachtung und Zusammenfassung | 85 |

| | | |
|-----------|--|------------|
| 5. | Die Auswirkungen der Geometriekorrektur auf Matrix und Verbundwerkstoff | 86 |
| 5.1 | Die Auswirkungen der Temperaturführung im Temperprozess auf die mechanischen Kennwerte des Reinharzes..... | 86 |
| 5.1.1 | Versuchsplan und Probenvorbereitung | 86 |
| 5.1.2 | Durchführung des Zugversuches am Reinharz | 89 |
| 5.1.3 | Ergebnisse des Zugversuches am Reinharz | 90 |
| 5.1.4 | Diskussion der Ergebnisse des Zugversuches am Reinharz..... | 92 |
| 5.2 | Überprüfen der Auswirkungen auf den Verbundwerkstoff mithilfe eines Schub-Zugversuches..... | 96 |
| 5.2.1 | Versuchsplanung..... | 97 |
| 5.2.2 | Herstellung der Proben..... | 98 |
| 5.2.3 | Ergebnisse des Schub-Zugversuches | 101 |
| 5.2.4 | Diskussion der Ergebnisse des Schub-Zugversuches..... | 103 |
| 5.3 | Bestimmung der Auswirkungen auf die Interfacefestigkeit im Fiber Push-Out-Versuch | 104 |
| 5.3.1 | Versuchsplan und Probenvorbereitung | 104 |
| 5.3.2 | Die vorliegende Materialkombination im Faser-Matrix-Interface..... | 105 |
| 5.3.3 | Ergebnisse des Fiber Push-Out-Versuchs | 107 |
| 5.3.4 | Diskussion der Ergebnisse des Fiber Push-Out-Versuchs | 108 |
| 5.4 | Zusammenführung der Ergebnisse aus den Materialversuchen..... | 110 |
| 6. | Die Auswirkungen der Temperaturführung im Temperprozess auf die prozessinduzierten Spannungen im Verbundwerkstoff | 111 |
| 6.1 | Auswirkungen des Überschreitens der Glasübergangstemperatur im Temperprozess auf die Eigenspannungen im Verbundwerkstoff | 111 |
| 6.1.1 | Versuchsplan..... | 112 |
| 6.1.2 | Versuchsdurchführung | 114 |
| 6.1.3 | Ergebnisse | 117 |
| 6.1.4 | Diskussion..... | 119 |
| 6.2 | Eigenspannungen von im Temperprozess plastisch verformten Bauteilen..... | 121 |
| 6.2.1 | Versuchsplan..... | 121 |
| 6.2.2 | Ergebnisse der Dehnungsmessung..... | 122 |
| 6.2.3 | Ergebnisse der Umformung | 126 |
| 6.2.4 | Diskussion der Ergebnisse | 126 |
| 6.3 | Zusammenfassung der Untersuchung der prozessinduzierten Spannungen | 127 |

| | |
|--|------------|
| 7. Zusammenfassung und Ausblick | 128 |
| 7.1 Grenzen des Konzepts und notwendige Schritte | 129 |
| 7.2 Zusammenfassung | 130 |
| 7.3 Anwendungsperspektiven über die Geometriekorrektur hinaus..... | 131 |
| Abbildungsverzeichnis | 132 |
| Tabellenverzeichnis | 136 |
| Literaturverzeichnis | 138 |
| Anhang A | 147 |
| Anhang B | 148 |
| Anhang C | 151 |
| Anhang D | 152 |
| Anhang E | 174 |
| Anhang F | 185 |
| Anhang G | 189 |

Abkürzungsverzeichnis

| | |
|----------------|--|
| CFK | Kohlenstofffaserverstärkter Kunststoff |
| CNT | Carbon Nanotubes |
| CTT – Diagramm | Conversion-Temperature-Transformation Diagramm |
| DLR | Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt |
| DEA | Dielektrische Analyse |
| DMA | Dynamisch-Mechanische Analyse |
| DMS | Dehnungsmessstreifen |
| DSC | Differential Scanning Calorimetry |
| EP | Epoxid |
| FBG | Fiber-Bragg-Gitter |
| FVK | Faserverbundkunststoff |
| GFK | Glasfaserverstärkter Kunststoff |
| MSDS | Material Safety Data Sheet |
| NLF | Natural Laminar Flow |
| RAM | Radar Absorbing Material |
| RCS | Radar Cross Section |
| REM | Rasterelektronenmikroskop |
| RT | Raumtemperatur |
| RTM | Resin Transfer Moulding |
| SLI | Single Line Injection |
| TDS | Technical Data Sheet |
| TMA | Thermomechanische Analyse |
| TTT – Diagramm | Time-Temperature-Transition Diagramm |
| UAV | Unmanned Aerial Vehicle |
| UP | Ungesättigte Polyester |

Lateinische Symbole

| Symbol | Name | Einheit |
|------------------------|---------------------------------------|---------------------|
| A | Molmasse | kg/mol |
| $[A]$ | Membransteifigkeit | N/mm |
| B | Mengenverhältnis der Reaktionspartner | - |
| E_{\parallel} | E Modul parallel zur Faser | N/mm ² |
| E_{\perp} | E Modul quer zur Faser | N/mm ² |
| E' | Speichermodul | N/mm ² |
| E'' | Verlustmodul | N/mm ² |
| F | Prüfkraft | N |
| f | Frequenz | Hz |
| $f_{1/2}$ | Funktionalität Harz / Härter | - |
| f_B | Durchbiegung | m |
| G_{12} | Schubmodul in der Laminebene | N/mm ² |
| G' | Speichermodul | N/mm ² |
| G'' | Verlustmodul | N/mm ² |
| g | Geometriefaktor | - |
| ΔH_{ges} | Gesamtreaktionsenthalpie | J/g |
| ΔH_{Rest} | Verbleibende Reaktionsenthalpie | J/g |
| L | Auslenkung Biegeversuch | m |
| L_A | Anfangsabstand Zugversuch | m |
| ΔL | Abstandsänderung | m |
| N | Ladungsdichte | A·s·m ⁻³ |
| n_T | Thermische Schnittlast | N/mm |
| q | Ladungsstärke | A s |
| r | Biegeradius | m |
| S | Standardabweichung | - |
| s | Auflagerabstand | m |
| T_g | Glasübergangstemperatur | K |
| t | Probenstärke | m |
| U | Umsetzung | % |
| $\nu_{\parallel\perp}$ | Poissonzahl | - |
| X | Umsatz | % |

| | | |
|-------|--------------------------------|---|
| X_1 | Umgesetzter Anteil des Harzes | % |
| X_2 | Umgesetzter Anteil des Härters | % |
| z | Randfaserabstand | m |

Griechische Symbole

| Symbol | Name | Einheit |
|----------------------|--|---|
| α | Abstandswinkel | ° |
| α_{\parallel} | Wärmeausdehnungskoeffizient parallel zur Faser | 1/K |
| α_{\perp} | Wärmeausdehnungskoeffizient quer zur Faser | 1/K |
| γ_{12} | Schubverformung | - |
| δ | Phasenverschiebung | - |
| ε^* | Dielektrizitätszahl | F/m |
| ε' | Permittivität | F/m |
| ε'' | Dielektrischer Verlust | F/m |
| ε_0 | Permittivität im freien Raum | F/m |
| ε_a | Aufgebrachte Randfaserdehnung | - |
| ε_u | Umgesetzte Randfaserdehnung | - |
| ε_t | nominelle Dehnung | - |
| ε_x | Dehnung quer zur Zugrichtung | - |
| ε_y | Dehnung parallel zur Zugrichtung | - |
| λ | Werkstoffparameter | - |
| μ | Ionenmobilität | $\text{S} \cdot \text{m}^2 / (\text{A} \cdot \text{s})$ |
| π | Kreiszahl | rad |
| σ | Ionenleitfähigkeit | S/m |
| τ_{12} | Schubspannung | N/m^2 |
| ω | Kreisfrequenz | Hz |

1. Einleitung

Bei der Entwicklung neuer ziviler und militärischer Flugzeuge gewinnen zwei Bereiche an Bedeutung, die hohe Anforderungen an die geometrische Präzision der Bauteile und Baugruppen stellen. Hierbei handelt es sich zum einen um den Einsatz laminar umströmter Tragflügel und Steuerflächen und zum anderen um Strukturbauweisen zur Reduzierung der Radarsignatur (RCS). In der vorliegenden Arbeit wird ein Prozess vorgestellt, der es ermöglichen soll, dass Bauteile aus Faserverbundwerkstoffen diesen Anforderungen gerecht werden. Die übergeordnete Forschungshypothese, auf die diese Arbeit aufgebaut ist, lautet deshalb:

Ein epoxidbasiertes Laminat kann zur einzelfallbezogenen Geometrie Anpassung abhängig vom Aushärtegrad in Grenzen plastisch korrigiert werden, die Beeinträchtigung der mechanischen Eigenschaften des Materials bleibt dabei kontrollierbar.

Epoxidharze durchlaufen während der Aushärtung abhängig vom Aushärtegrad und der Aushärtetemperatur verschiedene Materialzustände. Mithilfe geeigneter Sensorik sollte es möglich sein, die Wechsel zwischen diesen Zuständen aktiv zu kontrollieren und damit Faserverbundbauteile während der Aushärtung individuell zu verformen. Dabei wird zum einen erwartet, dass das Potenzial eines Laminates zur plastischen Verformung begrenzt ist und dass ein Überschreiten dieser Grenze zu Schädigungen führt. Zum anderen muss überprüft werden, ob und in welchem Maße ein solcher Eingriff in den Aushärteprozess die Eigenschaften des Verbundwerkstoffes beeinträchtigt.

1.1 Ziel der Arbeit

Die nachfolgend beschriebenen beiden Ziele stehen bei dieser Arbeit im Vordergrund.

- **Es soll ein neuer Weg aufgezeigt werden, wie Faserverbundbauteile mit sehr hohen Anforderungen an die Maßhaltigkeit hergestellt werden können.**

In speziellen Anwendungsfällen können die bekannten Methoden zur Verbesserung der Maßhaltigkeit von Faserverbundbauteilen an ihre Grenzen kommen. Dies gilt besonders für Komponenten laminar umströmter Tragflügel oder für Faserverbundbauteile, die zur Reduzierung der Radarsignatur genutzt werden. In beiden Fällen liegen die tolerierbaren Abweichungen deutlich unter 1 mm. Dies gilt unabhängig von der Bauteilgröße und besonders für Fügestellen zwischen einzelnen Komponenten. Die vorliegende Arbeit soll dem Leser einen neuartigen Prozess zur Herstellung geometrisch hochpräziser Faserverbundbauteile an die Hand geben und ihn über die damit verbundenen Vor- und Nachteile aufklären.

- **Es soll gezeigt werden, dass der Einfluss der Temperaturführung bis zur vollständigen Aushärtung einer Epoxidharzmatrix mit Blick auf die Materialeigenschaften nicht vernachlässigt werden kann.**

Die Datenblätter gängiger Epoxidharze für Strukturbauteile beinhalten häufig mehrere optional verwendbare Aushärteprozesse. Diese können durchaus alle zum gleichen Aushärtegrad beziehungsweise zu einer vollständigen Aushärtung führen. Bei der Auswahl eines Aushärteprozesses wird allerdings oft vernachlässigt, dass insbesondere die Temperaturführung einen starken Einfluss auf den Fortschritt der Vernetzung und damit auf die späteren Materialeigenschaften hat. Die Arbeit soll es dem Leser ermöglichen, diese Auswirkungen in Zukunft bei der Prozessauswahl qualitativ mit berücksichtigen zu können.

1.2 Motivation zur Untersuchung des Korrekturprozesses

Urformprozesse für Faserverbundbauteile unterliegen gewissen Toleranzen, was die Bauteilgeometrie angeht. Dies liegt zum einen daran, dass in der Regel Urmodelle oder Formen genutzt werden, die durch Zerspanung auf einer mit Toleranzen behafteten Werkzeugmaschine hergestellt werden. Zum anderen treten während des Urformprozesses selbst Effekte wie die Wärmedehnung der Form, der Spring-In oder Warpage auf, die einen negativen Einfluss auf die Geometrietreue der Bauteile haben [1]. Die hieraus resultierenden Abweichungen können bisher nur in einem Maße reduziert werden, welches nicht ausreichend ist, um hochpräzise Faserverbundbaugruppen in einem industrialisierten Prozess herzustellen. Schwankungen der Prozessparameter während des Urformens, die auch Auswirkungen auf die Geometrie haben, können derzeit gar nicht korrigiert werden und führen so zu einem deutlich erweiterten Toleranzfeld. Das in dieser Arbeit behandelte Verfahren zur aktiven Geometriekorrektur im Temperprozess soll es ermöglichen, trotz toleranzbehafteter Betriebsmittel und Prozesse, hochpräzise Faserverbundkomponenten herstellen zu können.

Die passive, unkontrollierte Geometriekorrektur im Temperprozess wird sowohl im Segelflugzeugbau als auch bei der Herstellung von Verkleidungsteilen von Schienenfahrzeugen angewandt. Hier werden die Bauteile während des Temperprozesses entweder in eine fest voreingestellte Vorrichtung gespannt oder es werden mittels Keilen und Zwingen Kräfte auf die relevanten Bauteilbereiche aufgebracht. Die Temperaturführung im Temperprozess wird für diesen Vorgang so eingestellt, dass die Glasübergangstemperatur des Matrixwerkstoffes sicher überschritten wird. Wann dies geschieht und wie lange dieser Zustand beibehalten wird, wird aber in der Regel nicht erfasst. Dies liegt zum einen daran, dass dieses passive Verfahren schon deutlich länger angewandt wird als Sensortechnik zur prozessbegleitenden Aushärtegraderfassung kommerziell verfügbar ist. Zum anderen fehlt oft das Verständnis dafür, dass nicht nur der absolute Aushärtegrad, sondern auch der Verlauf der Vernetzung und das Faser-Matrix-Interface einen entscheidenden Einfluss auf die matrixdominierten mechanischen Eigenschaften eines Faserverbundwerkstoffes haben.

Warum ist die Geometriekorrektur notwendig?

Individuelle Schwankungen der Prozessparameter bei der Herstellung von Faserverbundbauteilen können nicht vollständig kompensiert werden. Die trotz Kompensation verbleibenden Geometrieabweichungen liegen in einer Größenordnung, die kritisch für die Herstellung anspruchsvoller Luftfahrtkomponenten ist.

Warum ist eine nähere Betrachtung des Temperprozesses notwendig?

Die Temperaturführung im Aushärteprozess eines Faserverbundbauteiles mit Epoxidharzmatrix hat einen signifikanten Einfluss auf das Vernetzungsverhalten, den Eigenspannungszustand, die Faser-Matrix-Haftung und damit auf die matrixdominierten Eigenschaften des Werkstoffes. Dies gilt für den gesamten Prozess bis zur vollständigen Aushärtung, auch wenn nach einem ersten Prozessschritt schon eine Verglasung der Matrix stattgefunden hat.

Wie sieht der Lösungsansatz aus?

Die bauteilindividuellen Geometrieabweichungen des teilausgehärteten, entformten Faserverbundbauteiles werden erfasst. Auf Basis dieser Daten und unter Einbeziehung der Eigenschaften des vorliegenden Laminates wird im weiteren Temperprozess eine elastische Verformung aufgebracht, die durch temporäres Überschreiten der Glasübergangstemperatur der Matrix in plastische Verformung umgesetzt wird. Diese Verformung reduziert die ursprüngliche Geometrieabweichung.

Was wird dazu gebraucht?

Um das Verformungspotenzial im Voraushärteprozess zu erhalten, ist es notwendig den Zeitpunkt zu erkennen, zu dem die Matrix noch nicht vollständig ausgehärtet, aber bei Raumtemperatur schon sicher verglast ist. Darüber hinaus muss im Temperprozess der Moment des Erweichens der Matrix bestimmt werden können. Um eine Beschädigung des Bauteiles durch den Prozess zu vermeiden, muss das Umformungspotenzial des Bauteiles, welches eine Abhängigkeit vom verwendeten Material und vom Lagenaufbau aufweist, bei der Bestimmung der zur Korrektur notwendigen Verformung bekannt sein.

1.3 Gliederung der Arbeit

Abbildung 1.1 veranschaulicht die Gliederung und die Abfolge der einzelnen Bestandteile der Arbeit in drei Spalten.

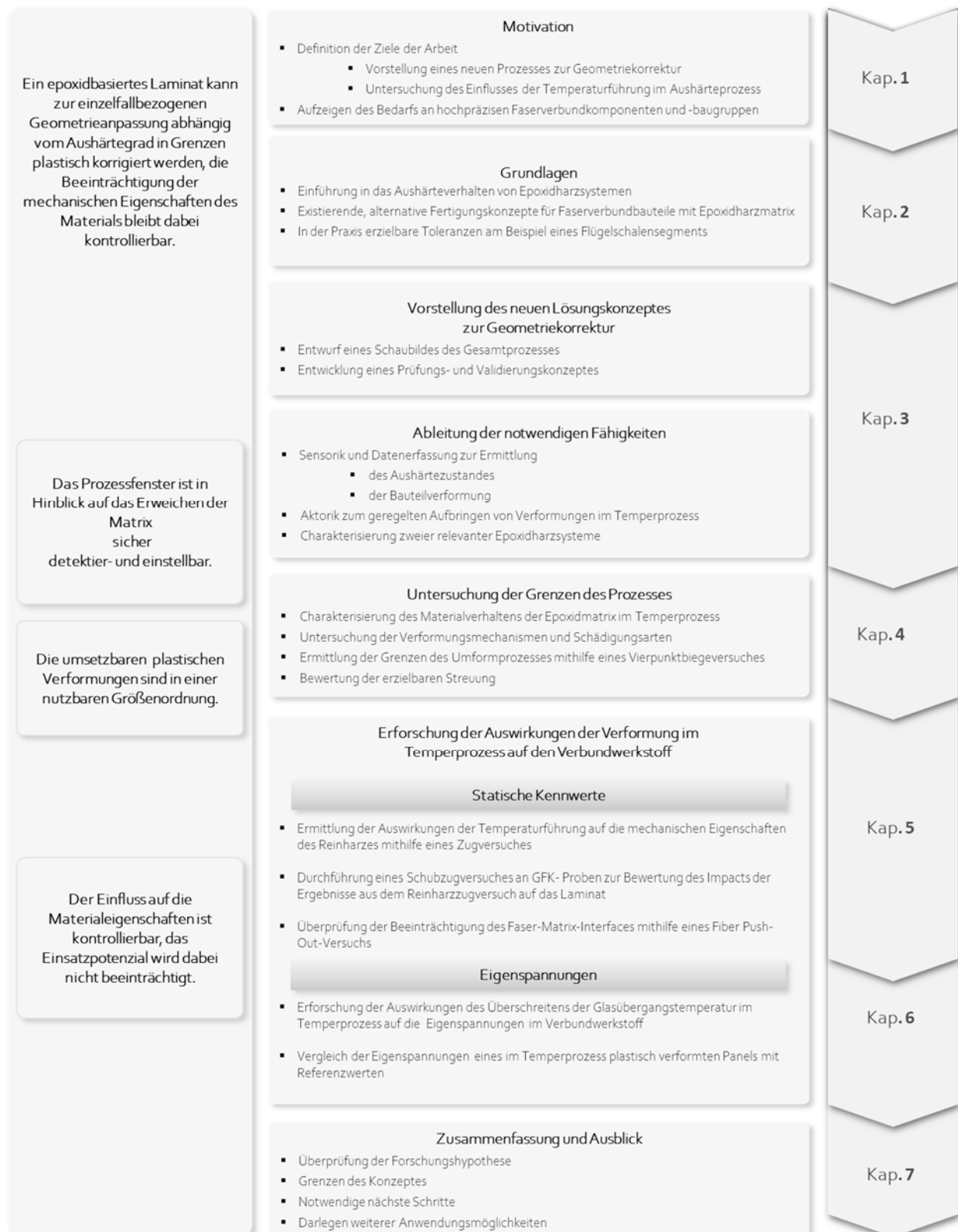


Abbildung 1.1: Übersicht über die Gliederung der Arbeit

Oben links ist die, der gesamten Arbeit zugrundeliegende Forschungshypothese zu finden. Aus ihr werden die darunter aufgetragenen Arbeitshypothesen abgeleitet. Diese schärferen Hypothesen ermöglichen es, die Arbeit zu strukturieren und in einzelne Themenblöcke zu unterteilen. Der Inhalt und die Abfolge dieser Blöcke ist der mittleren Spalte zu entnehmen. Der Weg führt hier von den Grundlagen, die eine Verformung des Werkstoffes im Temperprozess ermöglichen, über den Prozessentwurf, hin zu den Fähigkeiten, die notwendig sind, um den Prozess durchzuführen. Im Anschluss daran wird dann überprüft, wo die Grenzen des Prozesses liegen und wie dieser sich auf die Eigenschaften des Verbundwerkstoffes auswirkt. Die Arbeitshypothesen sind hier neben den Themenblöcken angeordnet, die für ihre Überprüfung bearbeitet werden. Zur einfacheren Orientierung im Dokument gibt die rechte Spalte des Diagramms die Zuordnung der einzelnen Kapitel zu den Themengebieten wieder.

1.4 Einordnung in den wissenschaftlichen Kontext

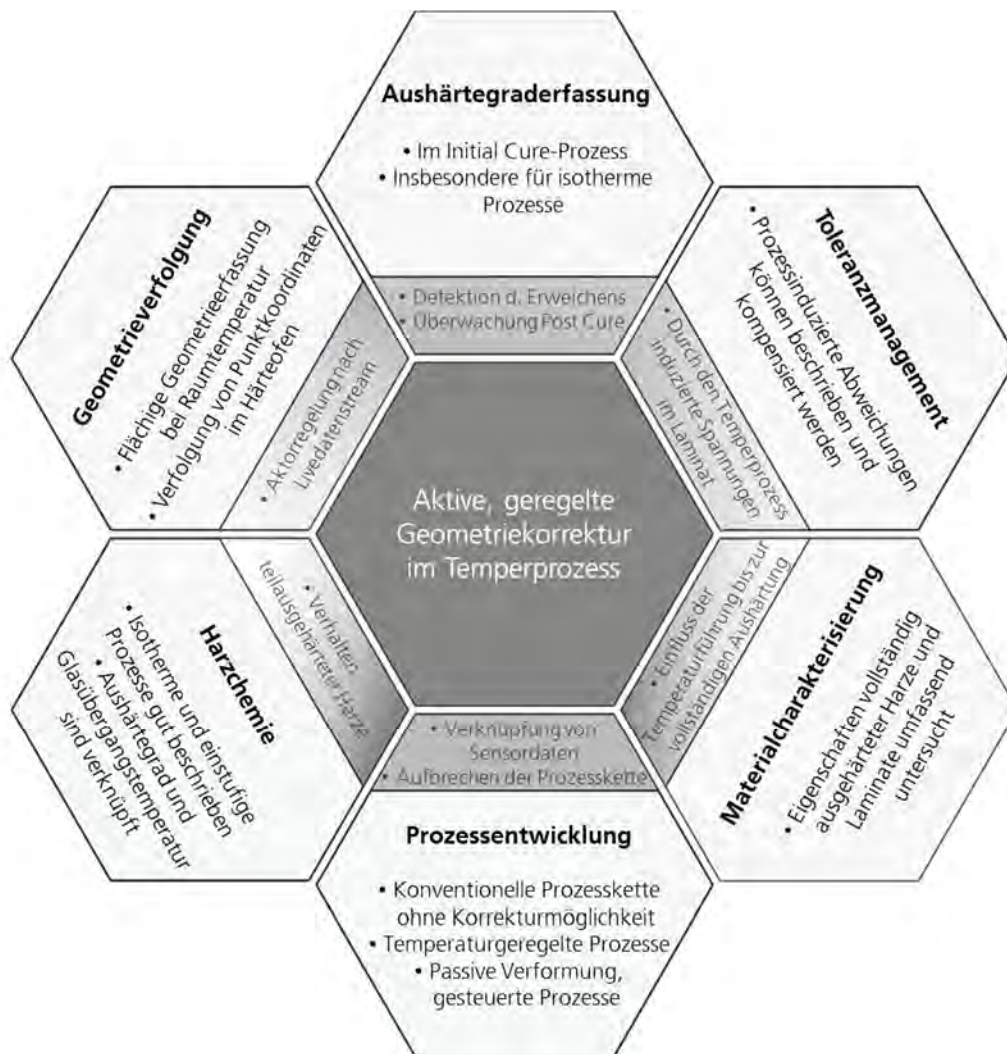


Abbildung 1.2: Schnittstellen des Korrekturprozesses zu wissenschaftlichen Themengebieten

Für den Prozess zur aktiven Geometriekorrektur im Tempersschritt sind Fähigkeiten und das Wissen aus teils sehr unterschiedlichen Themengebieten notwendig. In Abbildung 1.2 sind diese

Gebiete benannt und um den Prozess im Zentrum herum angeordnet. Die Sechsecke bestehen dabei aus zwei Zonen. Der größere, helle Teil spiegelt den Stand der Technik wider, auf den aufgebaut wird. In dem, dem Zentrum zugewandten dunkleren Teil ist die Schnittstelle des Korrekturprozesses mit dem jeweiligen Fachgebiet benannt. Das Diagramm zeigt, dass die der Problemstellung zu Grunde liegenden Themengebiete relativ breit gefächert sind und sich von den Materialwissenschaften über die Automatisierungstechnik und die Datenverarbeitung erstrecken.

1.5 Die Einsatzgebiete hochpräziser Faserverbundkomponenten

Als Einsatzgebiete für geometrisch hochpräzise Verbundbauteile im Allgemeinen und für während des Temperprozesses korrigierte Bauteile im Speziellen kommen in erster Linie Anwendungen in Frage, bei denen der Mehraufwand in der Fertigung durch die sehr hohen Anforderungen an die Maßhaltigkeit gerechtfertigt werden kann. Ein Beispiel sind hier Flugzeugkomponenten und -baugruppen, bei denen eine natürliche laminare Umströmung zur Reduktion des Widerstandes angestrebt wird. Aus in der Literatur beschriebenen Versuchsreihen kann man entnehmen, welche Größenordnung hinsichtlich der geometrischen Abweichungen für diesen Anwendungsfall angestrebt werden muss. So haben Drake et al. [2] Flugversuche zwischen Mach 0.5 und Mach 0.8 durchgeführt und dabei beobachtet, dass Stufen ab 0,5 mm und Spalte ab 0,75 mm die laminare Lauflänge messbar reduzieren. Obara et al. [3] bestätigen dies im Grundsatz und geben für eine Businessjetkonfiguration bei einer Flughöhe von 20.000 ft und Mach 0.7 eine erlaubte Stufenhöhe von 0,25 mm und bei 60.000 ft eine erlaubte Stufenhöhe von 1,27 mm an. In Bezug auf Welligkeiten werden für die gleiche Konfiguration bei einer Flughöhe von 41.000 ft 0,25 mm bis 0,635 mm angegeben, wobei hier die Wellenlänge noch eine entscheidende Rolle spielt. Exakte Werte können allerdings nur angegeben werden, wenn der angestrebte Betriebspunkt, das Flügeldesign und die Position der Abweichung auf dem Profil bekannt sind.

Weitere Anwendungsgebiete mit sehr ähnlichen Anforderungen sind die Herstellung und der Betrieb von Flugzeugen mit reduzierter Radarsignatur. Ein Überblick über die Maßnahmen, die dafür zur Verfügung stehen, wird von Ucar [4] gegeben. Wirkungsvoll ist neben der Formgebung des Gesamtentwurfes besonders die Nutzung von Absorberwerkstoffen (RAM). Aktuell wird erforscht, wie diese Absorbermaterialien zur Verbesserung der Widerstandsfähigkeit und der Reduktion der Unterhaltskosten in den Strukturwerkstoff integriert werden können. Verbundwerkstoffe, insbesondere bei der Verarbeitung in Infusions- oder RTM-Prozessen bieten die Möglichkeit zur Integration. Choi et al. [5] zeigen dies am Beispiel eines Sandwichaufbaus mit dem Zusatz von Carbon Nanotubes (CNT). Je nach Zusatz und Schichtdicke kann sich dies aber negativ auf die Maßhaltigkeit der modifizierten Bauteile auswirken. Problematisch ist, dass Stufen und Spalte auf der Flugzeugoberfläche vermieden werden müssen, da diese wie von Singh und Jha [6] beschrieben, als Streuzentren zweiter Ordnung wirken. Zusammengefasst bedeutet das, dass es für diese Anwendung wünschenswert ist, sehr passgenaue Komponenten aus einer sehr verzugsanfälligen Werkstoffkombination herzustellen. Darüber hinaus ergibt sich aus den Anforderungen an den Entwurf für radargetarnte Flugzeuge, dass alle Öffnungen wie Triebwerkseinlässe, Nutzlastschächte oder Fahrwerksschächte getarnt werden müssen. Aufgrund ihrer Position am Flugzeug sind die dazu notwendigen Bauteile und Klappen stark durch Vogelschlag und den Einschlag von Fremdkörpern gefährdet. Wird ein Austausch dieser Teile

notwendig, so muss sichergestellt werden, dass sich das Austauschteil exakt einfügt. Dies kann je nach Bauteil und Einbaulage individuelle Anpassungsarbeiten erfordern, da sich die Struktur insbesondere von Hochleistungsflugzeugen über die Lebensdauer verändert. Die Geometriekorrektur bietet die Möglichkeit, Bauteile vorzufertigen und dann bei Bedarf an ihre individuelle Einbaulage anzupassen.

Ein dritter Bereich, der hohe Anforderungen an die Geometrietreue der Bauteile stellt, sind die Fügeverfahren. Bei klassischen Nietverbindungen sind bei Verwendung von festen und flüssigen Shims laut Meiners Spalte bis 2,5 mm zulässig [7] S. 18. Um die zeit- und kostenintensiven Shimming-Prozesse zu reduzieren und ein shimless Assembly zu ermöglichen, müssen die Spaltmaße allerdings unter 0,3 mm liegen. Noch höhere Anforderungen stellt der Prozess des strukturellen Klebens. So gibt Hart-Smith [8] für den Klebespalt Abweichungen in der Größenordnung von 0,025 mm als zulässig an.

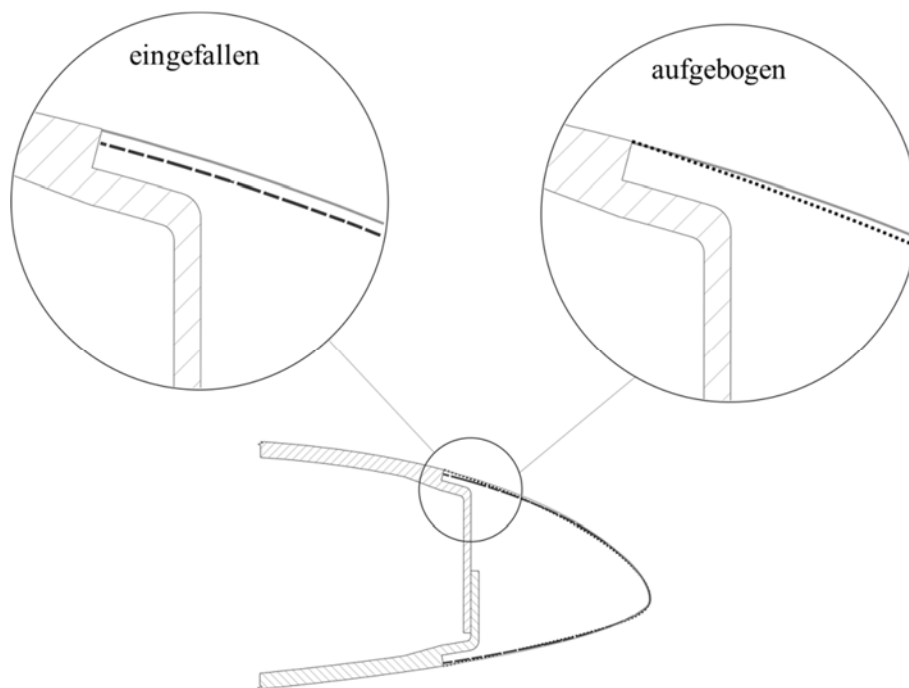


Abbildung 1.3: Montage einer verzugsbehafteten Flügelvorderkante

Eigene Untersuchungen zu den Geometrieabweichungen an den Einzelkomponenten eines CFK-Laminarflügeldemonstrators zeigen, dass selbst bei einer auf minimalen Verzug ausgerichteten Prozessführung mit Abweichungen im Bereich mehrerer Millimeter zu rechnen ist [9]. Ein Vorgehen, um die Sollgeometrie einer Baugruppe trotzdem zu erreichen, kann sein, die verzugsbehafteten Einzelteile vor dem Fügen in eine Vorrichtung zu zwingen. Kappel [10] zeigt am Beispiel von Rumpfspanten, dass die dafür notwendigen Kräfte bei der Aufspannung relativ niedrig sind. Die dort bestimmten Werte sind stark geometrieabhängig, liegen bei diesen Teilen aber deutlich unter 100 N.

Abbildung 1.3 zeigt am Beispiel des Interfaces zwischen Vorderkante und Flügeloberschale eines Laminarflügels, dass dieser Ansatz nicht immer ein zufriedenstellendes Ergebnis liefert. An einem der Sollgeometrie entsprechenden Flügelkasten wird im ersten Schritt eine eingefallene Flügelvorderkante montiert. Die Ausrichtung erfolgt dabei entlang der Nasenleiste. Am Stoß zur Flügeloberschale ergibt sich eine große Stufe, wobei die Tangentenstetigkeit theoretisch gegeben wäre. Biegt man diese Vorderkante nun auf, um den Klebespalt passend einzustellen und die Stufenhöhe zu reduzieren, so verändert sich der Winkel am Interface. Die Vorderkante wird dann

zwar entlang der Nasenleiste und entlang des Interfaces in die richtige Position gezwungen, die Vorderkantenoberfläche dazwischen weicht aber deutlich von der Sollgeometrie ab. Sowohl die Geometrieabweichung in diesem aerodynamisch wichtigen Bereich als auch die Unstetigkeit am Interface wirken sich negativ auf die laminare Lauflänge aus.

2. Grundlagen

Aus dem breiten Spektrum der Duomere werden in dieser Arbeit nur die engmaschig vernetzten, durch Additionspolymerisation aushärtenden Epoxidharze untersucht. Diese haben die größte wirtschaftliche Bedeutung im Bereich der kostenintensiven Luftfahrtstrukturen mit besonderen Anforderungen an die Geometrietreue. Es werden in erster Linie Effekte behandelt, die Einfluss auf die Geometrie der Faserverbundkomponenten, auf deren Spannungszustand oder auf ihre Leistungsfähigkeit haben. Effekte, die zum Beispiel die Oberflächenqualität eines Bauteils beeinflussen, werden in dieser Arbeit nicht berücksichtigt.

2.1 Das Aushärteverhalten von Epoxidharzsystemen

In diesem Kapitel wird ein Überblick über die chemischen Grundlagen in Bezug auf den Aushärteprozess von Epoxidharzen gegeben. Ein Kernaspekt dieser Arbeit ist die kontrollierte Beeinflussung des morphologischen Zustandes einer Epoxidharzmatrix während dieses Prozesses. Vor diesem Hintergrund wird das Time-Temperature-Transition-Diagramm vorgestellt, welches im Laufe der Arbeit genutzt wird, um Aushärtezyklen näher zu betrachten. Darüber hinaus werden mithilfe des Diagramms einige grundlegende Begrifflichkeiten eingeführt, die notwendig sind, um einen komplexen Aushärteprozess zu beschreiben.

2.1.1 Die chemische Vernetzung

Pierre Castan und Paul Schlack beschrieben schon Ende der Dreißigerjahre den Aufbau und die Herstellung von Epoxidharzen auf Basis von Diphenolen und Epichlorhydrin [11] S. 18, [12]. Im Anschluss daran untersuchten sie die Härtingsreaktionen dieser Harze und ermöglichten die kommerzielle Verwertung. Flory legte dann 1953 in „Principles of Polymer Chemistry“ [13] die bis heute gültigen theoretischen Grundlagen dar. Ehrenstein [14] und Hellerich et al. [15] geben eine Übersicht über die Vielzahl der gebräuchlichen Epoxidharz-Härter-Kombinationen mit ihren grundlegenden Eigenschaften. Im Folgenden werden Harze auf Bisphenol-A-Basis und Aminhärter näher betrachtet, da die im Zuge dieser Arbeit verwendeten Harzsysteme diesen entsprechen. Die folgende Abbildung zeigt links ein solches Härtermolekül mit den beiden durch Kreise hervorgehobenen funktionalen Amingruppen. Rechts ist ein Epoxidharzmolekül abgebildet, welches an beiden Enden einen charakteristischen Dreiring aufweist. Von der Anzahl der funktionalen Gruppen pro Molekül ist es abhängig, ob bei der Aushärtung eher Ketten oder dreidimensionale Netzwerke gebildet werden. Je mehr dieser funktionalen Gruppen Harz und Härter aufweisen, desto engmaschiger ist das Reaktionsprodukt vernetzt und desto höher ist seine Temperaturbeständigkeit. Durch die Zugabe von weiteren Stoffen können die Harzsysteme noch

an die Anforderungen an das spätere Bauteil oder an die Prozessvorgaben angepasst werden. Dazu zählen insbesondere der Zusatz von Partikeln zur Verbesserung der Impacteigenschaften [16], die Zugabe von Beschleunigern zur Reduzierung der Aushärtezeit und das Hinzufügen von Reaktivverdünnern, um eine Verarbeitung bei niedrigen Temperaturen zu ermöglichen oder das Durchtränkungsverhalten zu verbessern.

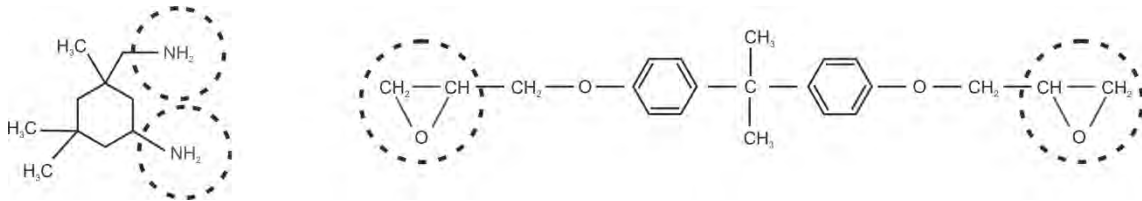


Abbildung 2.1: Aminhärter- und Epoxidharzmolekül mit hervorgehobenen funktionalen Gruppen

Die Vernetzung erfolgt durch Polyaddition, es werden keine Reaktionsprodukte abgespalten und die Härterkomponente wird Bestandteil des Duromernetzwerkes. Die Geschwindigkeit dieser Vernetzungsreaktion hängt grundsätzlich von der vorliegenden Harz-Härter-Kombination und der Härtungstemperatur ab. Es handelt sich aber immer um einen kontinuierlich fortschreitenden Prozess und nicht um ein einzelnes Ereignis. Die folgende Abbildung zeigt den prinzipiellen Ablauf einer solchen Reaktion.

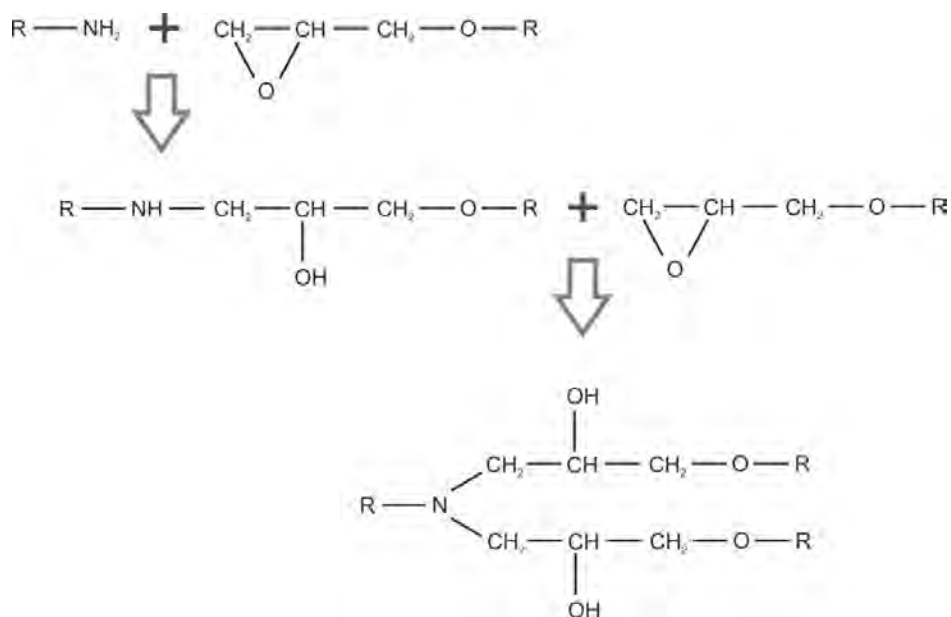


Abbildung 2.2: Bindung zwischen Aminhärter und Epoxidmolekülen [17]

Die Wasserstoffatome der primären Amingruppe sind in der Lage, den unter Spannung stehenden Dreiring des Harzmoleküls zu öffnen. Das Härtermolekül kann sich so, unter Bildung einer sekundären Amingruppe und einer Hydroxylgruppe, an die Epoxidgruppe binden. Über das verbleibende Wasserstoffatom der sekundären Amingruppe kann das Stickstoffatom nun eine Verbindung mit einem zweiten Harzmolekül eingehen. Hierbei handelt es sich um kovalente Bindungen [18] S. 15–16. Bei dieser Polyadditionsreaktion wird Energie in Form von Wärme

frei. Die Summe dieser Energie ist die Gesamtreaktionsenthalpie ΔH_{ges} . Sie ist eine charakteristische Größe eines Harzsystems und hängt direkt von seiner chemischen Zusammensetzung ab. Mithilfe der dynamischen Differenzkalorimetrie (DSC) kann diese Reaktionsenthalpie erfasst werden [11] S. 462–463 [14] S. 63. Durch ein Abkühlen kann der Aushärteprozess zu jedem Zeitpunkt nahezu zum Stillstand gebracht werden. Eine Weiterhärtung im Anschluss ist dabei möglich. Diese Möglichkeit wird zum Beispiel bei Harzsystemen, die dem Verarbeiter fertig gemischt und tiefgefroren geliefert werden, oder auch bei vorimprägniertem Fasermaterial genutzt. Im Zuge dieser Arbeit wird davon Gebrauch gemacht, um den Aushärteprozess eines Faserverbundbauteiles in zwei Schritte zu unterteilen. Der erste Schritt, auch Initial-Cure genannt, findet dabei im Formwerkzeug bis zum einem im Vorfeld definierten Aushärtegrad statt. Der zweite Schritt, auch Post-Cure oder Tempern genannt, kann dann außerhalb des ursprünglichen Werkzeuges stattfinden.

Das gute Adhäsionsverhalten der Epoxidharze ist auf die Epoxidgruppen und die Hydroxylgruppen zurückzuführen. Die Wärmebeständigkeit und mechanische Leistungsfähigkeit hängen vom Mittelteil des Moleküls mit den Benzolringen und den Methylgruppen ab. Die Sauerstoffatome sorgen für die Widerstandsfähigkeit gegen Zersetzung.

2.1.2 TTT und CTT Diagramm

Vom Vermischen der Komponenten bis zur Nutzung des daraus hergestellten Produktes durchläuft das Harzsystem mehrere morphologische Zustände. Die Abfolge dieser Zustände hängt hauptsächlich von der Temperatur und dem zum jeweiligen Zeitpunkt vorliegenden Aushärtegrad ab. Äußere Einflüsse wie die Feuchtigkeitsaufnahme oder unsachgemäße Lagerung spielen auch eine Rolle, sie sind für diese Arbeit und für das Verständnis des Aushärtevorganges aber nicht relevant. Das Time-Temperature-Transition-Diagramm (TTT-Diagramm) bietet die Möglichkeit, diese Zustandsänderungen nachzuvollziehen und in das Design des Aushärteprozesses einzubeziehen. Wacker et al. [19] geben einen Überblick über die Grundlagen und die Erstellung eines solchen harzspezifischen Diagrammes. Zudem existieren mittlerweile gut dokumentierte Softwarelösungen, die die Datenerfassung und Erstellung der Diagramme deutlich vereinfachen [20]. Die folgende Abbildung ist ein solches exemplarisches Diagramm, das die Zustandsänderungen für ein Epoxidharz aufzeigt.

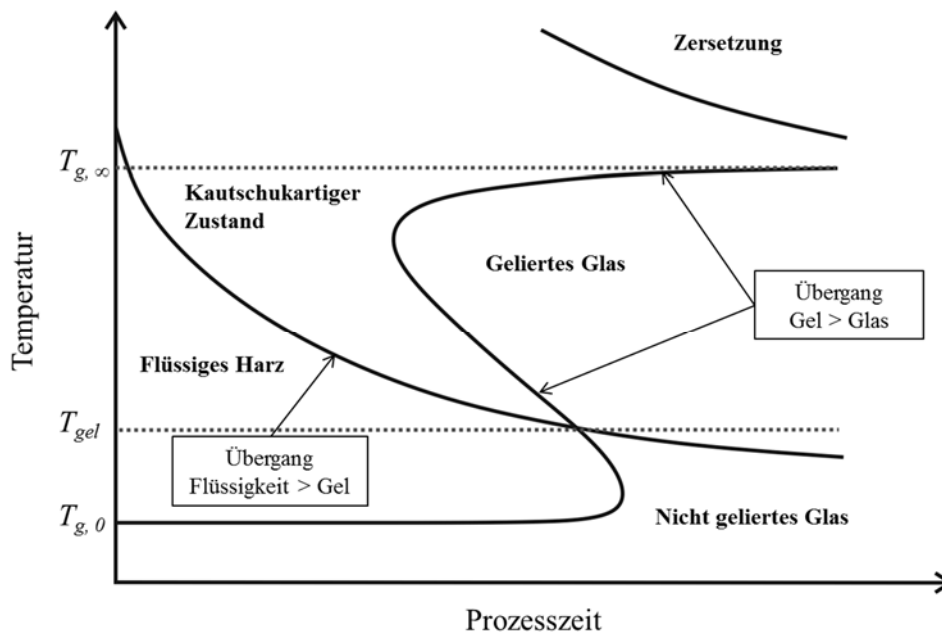


Abbildung 2.3: Exemplarisches TTT - Diagramm für Duromere [21] S. 47

Auf der horizontalen Achse ist die Prozesszeit aufgetragen, auf der vertikalen die Härtungstemperatur. Zwei harzindividuelle Übergangslinien unterteilen die Diagrammfläche in vier Bereiche, die den morphologischen Zustand wiedergeben. Dies ist zum einen die Gellinie, die den mit steigender Vernetzung einhergehenden Übergang vom flüssigen in den kautschukartigen Zustand beschreibt und zum anderen die Glasübergangslinie, die den Übergang hin zum glasartigen Zustand markiert. Bei niedrigen Aushärtegraden unterhalb des Gelpunktes und gleichzeitig niedriger Temperatur kann ein glasartiger, ungelierter Zustand vorliegen. Dieser zeichnet sich dadurch aus, dass das Material extrem spröde und durch die kaum vorhandene Vernetzung in geeigneten Lösemitteln löslich ist. Im Bereich des gelierten Glases liegt ein fester, handhabbarer Werkstoff vor, der aufgrund der weiter fortgeschrittenen Vernetzung nicht mehr löslich ist. Charakteristische, harzindividuelle Kenngrößen im Diagramm sind die Glasübergangstemperaturen. $T_{g,0}$ ist die Temperaturschwelle, unter der auch ein eigentlich flüssiges, nicht ausgehärtetes Harzsystem in den nicht gelierten, glasartigen Zustand übergeht. $T_{g,\infty}$ beschreibt dagegen die Temperatur, bei der ein vollständig ausgehärtetes, glasartiges Harzsystem wieder in den kautschukartigen Zustand übergeht. Der Übergang vom glasartigen zum kautschukartigen Zustand kann in beide Richtungen mehrfach vollzogen werden. Die Untersuchung des Einflusses auf das Epoxidharz und später auf den Faserverbund ist Kernbestandteil dieser Arbeit. Wichtig ist dabei anzumerken, dass die mechanische Leistungsfähigkeit eines vollständig ausgehärteten Epoxidharzes schon deutlich unter dieser Temperatur abfällt. In der Regel 20-30 °C oberhalb dieser maximalen Glasübergangstemperatur $T_{g,\infty}$ beginnt, wie im Diagramm markiert, der Bereich der Zersetzung. Dieser Übergang ist nicht reversibel. Das bedeutet auch ein vollständig ausgehärtetes Epoxidharz wird in diesem Bereich nachhaltig geschädigt.

Ein TTT-Diagramm entsteht auf Basis von harzspezifischen Daten, die aus isothermen Aushärteprozessen mittels der DSC-Analyse gewonnen werden. Aus diesem Grund ist es schwierig, Aushärteprozesse mit einer komplexeren Temperaturführung in diesem Diagramm abzubilden. Die Probleme liegen hier besonders im Bereich der niedrigen Temperaturen. So kann man z.B. den Übergang vom nicht gelierten Glas oberhalb von $T_{g,0}$ zum gelierten Glas auf zwei Arten gestalten. Eine flache Aufheizrampe führt zu einem Übergang in geliertes Glas ohne ein

Erweichen. Dies kann im Diagramm noch näherungsweise abgebildet werden. Eine sehr steile Heizrampe an diesem Punkt führt dagegen wieder zu einer Verflüssigung des Harzes. Dies kann im Diagramm nicht korrekt gezeigt werden.

Für die Darstellung komplexerer, gegebenenfalls mehrstufiger Aushärteprozesse ist das in der folgenden Abbildung gezeigte Conversion-Temperatur-Transformation-Diagramm (CTT-Diagramm) besser geeignet. Hier ist auf der horizontalen Achse statt der Prozesszeit der Umsatz aufgetragen. Dies ermöglicht die Darstellung von Temperatursprüngen und die damit verbundenen Wechsel des morphologischen Zustandes des Harzsystems.

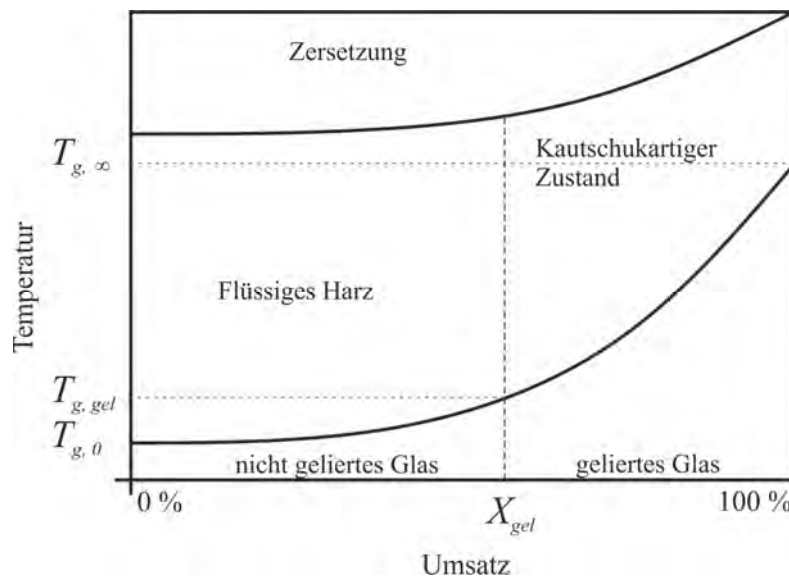


Abbildung 2.4: CTT-Diagramm für Duromere [21] S. 46

Ein Nachteil dieses Diagrammtyps in Bezug auf den Entwurf des Härteprozesses ist die nur über ein Härungsmodell in Prozesszeit überführbare Größe Umsatz X . Aus dem TTT-Diagramm können dagegen direkt Härungszeiten und Temperaturen entnommen werden. Der Gesamtprozess kann also gut im CTT-Diagramm dargestellt werden, während für die einzelnen Prozessschritte das TTT-Diagramm besser geeignet ist.

2.1.3 Wichtige Begriffe im Kontext der Aushärtung von Epoxidharzen

Die Bedeutungen der Begriffe und insbesondere ihre Verwendung im Rahmen dieser Arbeit werden im Folgenden erläutert.

Gelieren

Während des Gelierens ändert sich der Zustand des Harz-Härter-Gemisches von einer viskosen Flüssigkeit hin zu einem vernetzten Gel oder einem gummiartigen Werkstoff. Laut Ehrenstein [14] S. 67 geschieht dies bei Epoxidharzen, wenn circa 50 % der möglichen Vernetzungsreaktionen stattgefunden haben. Zu Beginn des Aushärtevorganges liegen nur Harz- und Härtermoleküle mit einem geringen Molekulargewicht vor. Reagieren diese miteinander, so

hat dies kaum einen Einfluss auf die Viskosität. Mit der fortschreitenden Vernetzung dieser Moleküle steigt das Molekulargewicht bis sich ein unendlich großes Netzwerk bildet. Dies geht mit einem Anstieg der Viskosität einher und führt dazu, dass Kräfte im Material übertragen werden können und Spannungen auftreten.

Besonders die Untersuchungen zum Eigenspannungsverhalten, die für diese Arbeit durchgeführt wurden, haben gezeigt, dass es sinnvoll ist, das Gelieren von zwei Standpunkten zu betrachten. Aus Sicht der Chemie ist abhängig von den vorliegenden Stoffen mathematisch klar beschrieben, an welchem Punkt während der Aushärtung zum ersten Mal ein Polymernetzwerk unendlich hohen Molekulargewichtes vorliegt. Die grundlegende Theorie zur Formierung der Netzwerke während der Polymerisation und der dreidimensionalen Vernetzung wurden von Flory aufgestellt [13].

Auf makroskopischer Ebene und aus Sicht der Prozesstechnologie spielt es eine entscheidende Rolle, wann das Harz seine Fließfähigkeit verliert. Zu diesem Zeitpunkt ist kein Ausgleich des chemischen Volumenschwundes durch Nachfördern mehr möglich und der Durchtränkungsprozess muss abgeschlossen sein. Insbesondere wenn man mit nicht-isothermen Prozessen arbeitet, ist eher von einem Bereich als von einem Punkt des Gelierens während der fortschreitenden Aushärtung auszugehen, da hier die Viskosität nicht zwangsläufig kontinuierlich ansteigen muss.

Das Gelieren hat keinen unmittelbaren Einfluss auf die Umsatzrate während der Aushärtung. Das bedeutet, es kann mithilfe der dynamischen Differenzkalorimetrie nicht direkt identifiziert werden [22] S. 4.

Gelpunkt

Der Gelpunkt ist nur von der Funktionalität der Komponenten und dem Mischungsverhältnis abhängig und kann mithilfe dieser Größen berechnet werden. Je höher die Funktionalitäten der Harz- und Härterkomponenten eines Systems sind, desto höher ist die Wahrscheinlichkeit, dass sich früh im Aushärteprozess Makromoleküle mit sehr hohem Molekulargewicht bilden. Von Miller und Macosko [23] und Gotro und Prime [22] S. 10–11 wird der Zusammenhang zwischen dem Gelpunkt und dem Umsatz der Reaktionspartner mit folgender Gleichung beschrieben:

$$(X_1 X_2)_{gel} = \frac{1}{(f_1 - 1)(f_2 - 1)} \quad 2.1$$

Dabei sind:

X_1 = der umgesetzte Anteil des Harzes

X_2 = der umgesetzte Anteil des Härters

f_1 = Funktionalität der Harzkomponente

f_2 = Funktionalität der Härterkomponente

Das Mengenverhältnis der Reaktionspartner wird dabei durch den Faktor B berücksichtigt. Dieser Faktor ist insbesondere dann relevant, wenn das Gesamtsystem einen Aminüberschuss besitzt.

$$X_{1\,gel} = B * X_{2\,gel} \quad 2.2$$

Bei einem stöchiometrischen Verhältnis von Harz- und Härterkomponente gilt dann:

$$X_{1\,gel} = X_{2\,gel} = X_{gel} \quad 2.3$$

Sofern eine der Komponenten des Gesamtsystems aus mehreren chemischen Grundsubstanzen unterschiedlicher Funktionalität besteht, so kann dies über die folgende Gleichung berücksichtigt werden.

$$f_{1/2} = \frac{(\sum_i f_i^2 A_i)}{\sum_i f_i A_i} \quad 2.4$$

mit:

A = Molmasse der jeweiligen Komponente

$f_{1/2}$ = resultierende Funktionalität von Harz oder Härter

f_i = Funktionalität der jeweiligen Teilkomponente

Die experimentelle Bestimmung des Gelpunktes kann über die Schwingungsrheometrie erfolgen. Hierfür wird in einem isothermen Versuch bei einer auf das Harzsystem abgestimmten Härtungstemperatur die Prozessdauer bis zum Erreichen des Gelpunktes gemessen. Um einen Rückschluss auf den Aushärtegrad zu diesem Zeitpunkt ziehen zu können, wird dieser isotherme Prozess dann in einer DSC-Analyse mit der ermittelten Prozesszeit nachgefahren. Über die Bestimmung der Reaktionsenthalpie oder der verbleibenden Restenthalpie kann dann der Aushärtegrad am Gelpunkt abgeleitet werden. Der grundlegende rheometrische Versuchsaufbau und die Herleitung der folgenden Grundgleichung werden von Meichsner et al. [24] S. 74 dargelegt.

$$\tan \delta (\omega) = \frac{G''(\omega)}{G'(\omega)} \quad 2.5$$

mit:

δ = Phasenverschiebungswinkel

ω = Anregungsfrequenz

G' = Speichermodul, elastische Komponente

G'' = Verlustmodul, viskose Komponente

Die Suche nach einem gültigen Kriterium zur Bestimmung des Gelpunktes viskoelastischer Materialien und insbesondere von vernetzenden Polymeren wird von Chambon [25] und Winter [26, 27] beschrieben. Nach ihren Erkenntnissen tritt der Gelpunkt dann auf, wenn $\tan \delta$ in einer dynamischen Rheologie frequenzunabhängig wird.

Hein [28] hat auf dieser Grundlage Untersuchungen zu den beiden, in dieser Arbeit betrachteten Harzsystemen durchgeführt und folgende Ergebnisse für den Gelpunkt ermittelt:

| Harzsystem | Umsatz | $T_{g, gel}$ nach Gleichung 2.7 |
|----------------------|----------------------|---------------------------------|
| RTM6 1K | 60,66 % \pm 0,9 % | 94,2 °C \pm 2,2 °C |
| LY564 / Aradur 22962 | 72,57 % \pm 0,34 % | 60,2 °C \pm 0,77 °C |

Tabelle 2.1: Experimentell ermittelte Gelpunkte für RTM6 1K und LY564 / Aradur 22962 [28]

Polymerisation

Die Polymerisation beschreibt den Vorgang der Bildung von Makromolekülen oder Polymermolekülen aus Monomeren. Im Fall der hier behandelten Epoxidharze findet eine Stufenwachstumsreaktion in Form einer Additionspolymerisation statt.

Der Polymerisationsgrad ist der Quotient aus der Molmasse eines Makromoleküls und der Molmasse eines Monomers. Er gibt also Auskunft über die Anzahl der Monomere, die sich zu einem Makromolekül verbunden haben [11] S. 41–42. Der Polymerisationsgrad kann meist nur als Mittelwert bestimmt und angegeben werden, da der Absolutwert stark prozessabhängig ist.

Vernetzung

Die Vernetzung eines Polymerwerkstoffes beschreibt die räumliche Anordnung und Verbindung der Makromoleküle. Die Vernetzung kann sowohl auf physikalischen und damit reversiblen als auch auf chemischen Bindungen beruhen [11] S. 40. Eine engmaschige Vernetzung geht in der Regel mit einer hohen thermischen und mechanischen Leistungsfähigkeit einher.

Aushärtegrad

Der Aushärtegrad X ist als Verhältnis zwischen der verbleibenden Reaktionsenthalpie ΔH_{Rest} und der gesamten Reaktionsenthalpie ΔH_{gesamt} definiert, welche eine Konstante für das jeweils vorliegende Harzsystem ist.

$$X = 1 - \frac{\Delta H_{Rest}}{\Delta H_{gesamt}} \quad 2.6$$

Zwischen der Vernetzung und dem Aushärtegrad besteht nur ein indirekter Zusammenhang. So ist ein Epoxidharz zu Beginn der Härtingsreaktion zwangsläufig schwach vernetzt. Abhängig von der Funktionalität der Komponenten und der Art der Makromolekülbildung muss es bei einem hohen Aushärtegrad aber nicht unbedingt stark vernetzt sein.

Vitrifikation

Die Vitrifikation oder Verglasung beschreibt den auch im TTT-Diagramm in Abbildung 2.3 markierten Übergang in den glasartigen, gelierten Zustand. Dieser findet dann statt, wenn die aktuelle Glasübergangstemperatur des Harzsystems in der Aushärtung die Aushärtetemperatur überschreitet. Aus dem Diagramm ist auch ersichtlich, dass eine Vitrifikation nicht eintritt, wenn die Aushärtetemperatur oberhalb der maximalen Glasübergangstemperatur liegt und bleibt. Der

Übergang in den glasartigen Zustand setzt die Umsatzrate der Aushärtung stark herab, da diese ab dem Zeitpunkt der Vitrifikation nur noch diffusionskontrolliert stattfindet [22] S. 4. Dieser Übergang zwischen dem elastischen und glasartigen Zustand kann durch eine geeignete Führung der Aushärtetemperatur in beide Richtungen vollzogen werden. Der Effekt wird im Rahmen dieser Arbeit genutzt, um teilausgehärtete Duromere plastisch zu verformen. Der Übergang in den Bereich des kautschukartigen Zustandes beschleunigt die Aushärtereaktion dabei wieder.

Glasübergangstemperatur

Mit Überschreiten der Glasübergangstemperatur geht der Kunststoff vom energieelastischen in den entropieelastischen Bereich über. Dies gilt sowohl für teilausgehärtete als auch für vollständig ausgehärtete Polymerwerkstoffe. Dabei stellt die bei idealer Aushärtung maximal erzielbare Glasübergangstemperatur einen grundlegenden Werkstoffkennwert dar. Zur begrifflichen Abgrenzung werden Glasübergangstemperaturen unvollständig ausgehärteter Harzsysteme im Rahmen dieser Arbeit als „aktuell vorliegende Glasübergangstemperatur“ bezeichnet. In der dynamisch-mechanischen Analyse befindet sich der Bereich des Glasübergangs zwischen dem Abfallen des Speichermoduls E' und dem Maximum des Verlustfaktors $\tan \delta$ [22] S. 65 [29] S. 34.

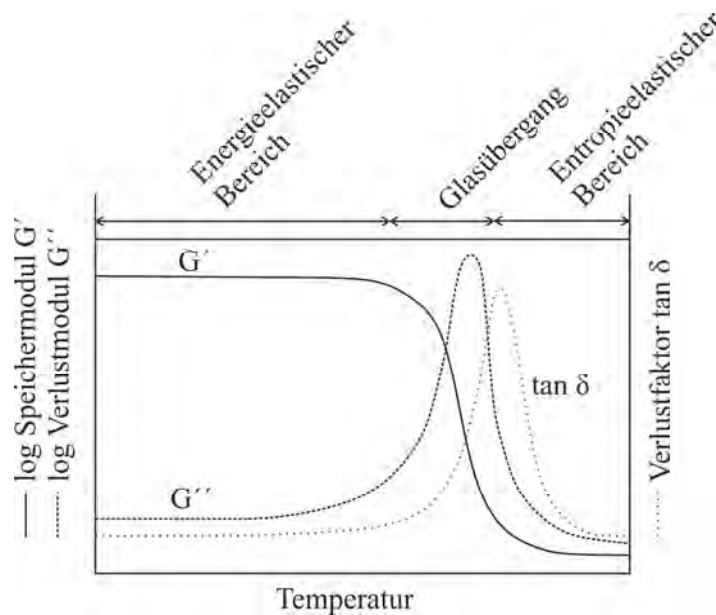


Abbildung 2.5: Identifizierung des Glasübergangsbereiches in der DMA Analyse [30]

Diesen Bereich gilt es während des Aushärteprozesses gezielt mittels Sensoren zu erfassen und über die Prozesstemperatur anzufahren, um eine Geometriekorrektur im Temperprozess am unvollständig ausgehärteten Verbundbauteil zu ermöglichen.

2.1.4 Die Verknüpfung von Aushärtegrad und Glasübergangstemperatur

Die Di-Benedetto–Gleichung ermöglicht es, zu einem vorliegenden Aushärtegrad X , definiert in Gleichung 2.6, die dazugehörige Glasübergangstemperatur T_g zu ermitteln. Hierfür wird ein Werkstoffparameter λ benötigt, der aus einem Abgleich der Berechnungsergebnisse mit einer DSC–Messreihe gewonnen werden kann [19, 31]

$$T_g = T_{g0} + \frac{(T_{g\infty} - T_{g0}) \lambda X}{1 - (1 - \lambda) X} \quad 2.7$$

Nach X umgestellt ergibt sich daraus:

$$X = \frac{(T_{g0} - T_g)}{\lambda * T_g - \lambda * T_{g\infty} + T_{g0} - T_g} \quad 2.8$$

2.1.5 Das Materialverhalten beim Überschreiten der Glasübergangstemperatur

Der Übergang vom energieelastischen in den entropieelastischen Bereich, wie er in Abbildung 2.5 skizziert ist, ist die grundlegende Voraussetzung für die Geometriekorrektur von Faserverbundbauteilen im Temperprozess. Bei dieser Zustandsänderung aufgrund der Temperaturerhöhung verlieren die physikalischen Bindungen im Material ihre Wirkung [18] S. 22–25. Außerdem steigt die Beweglichkeit der Atome und Moleküle innerhalb der Makromoleküle dadurch, dass die kovalenten Bindungen rotatorische Freiheitsgrade hinzugewinnen. Daraus kann man ableiten, dass die Beweglichkeit der Moleküle oberhalb der Glasübergangstemperatur von verschiedenen Faktoren abhängt. Zum einen spielt der durch die Harzchemie und die Funktionalität der Komponenten vorgegebene Aufbau des Netzwerkes eine Rolle. Zum anderen beeinflussen die Zugabe von Füllstoffen und aufgenommene Feuchtigkeit das Verhalten. Darüber hinaus bestimmt aber vor allem der Vernetzungsgrad zum Zeitpunkt des Überganges, wie stark die einzelnen Moleküle schon fixiert sind [30]. Charakteristisch für das viskoelastische Materialverhalten oberhalb der Glasübergangstemperatur ist dabei, dass bei einer vorgegebenen Spannung die Verformung in Abhängigkeit der Zeit zunimmt oder bei aufgebrachtter Verformung Spannungen abgebaut werden [18] S. 38–45. Dies wird zum Beispiel genutzt, um im Vorfeld einer thermomechanischen Analyse (TMA) Spannungen im Material zu reduzieren [22] S. 43. Des Weiteren steigt der thermische Ausdehnungskoeffizient mit dem Übergang in den entropieelastischen Bereich deutlich an [29] S. 35. Dies muss bei der Auswertung von Dehnungsmessungen in diesem Bereich berücksichtigt werden. Ein Aufbrechen bestehender Hauptbindungen findet erst mit Erreichen der Zersetzungstemperatur des Matrixwerkstoffes statt und ist nicht erstrebenswert, da der Polymerwerkstoff dadurch irreparabel geschädigt wird.

Die Abnahme der zwischenmolekularen Kräfte und die Zunahme an Freiheitsgraden der primären Bindungen legen die Vermutung nahe, dass auch die Beweglichkeit der Ladungsträger und Dipole im Matrixwerkstoff zunimmt. Trifft das zu, so kann der Übergang in den entropieelastischen Bereich mithilfe der dielektrischen Analyse erfasst werden. Dies wird in Kapitel 4.1 experimentell untersucht.

2.2 Bekannte, ähnliche Fertigungskonzepte für Faserverbundbauteile mit Epoxidharzmatrix

In diesem Abschnitt werden bekannte Verfahren aufgezeigt, die dem vorgeschlagenen Korrekturprozess ähnlich sind oder einzelne Aspekte mit ihm gemeinsam haben.

2.2.1 Herstellung und Weiterverarbeitung von Prepreg

Zur groben Beschreibung des Aushärtzustandes von Reaktionsharzen werden oft die in der folgenden Tabelle aufgeführten drei Stufen verwendet [32] S. 12–13.

| | |
|---------|--|
| A-Stage | Niedriges Molekulargewicht, Ausgangszustand |
| B-Stage | Höheres Molekulargewicht, geringe Vernetzung |
| C-Stage | Vollständig ausgehärtet |

Tabelle 2.2: Aushärtzustände von Reaktionsharzen

Bei der Herstellung von vorimprägniertem Faserhalbzeug stellt das B-Staging [33] S. 372 einen wichtigen Prozessschritt dar. Dabei werden je nach Herstellungsprozess zum einen aus dem Tränkprozess resultierende Lösemittel entfernt, zum anderen wird das Prepreg leicht vorausgehärtet. Dies dient dazu, die Verarbeitbarkeit bei Raumtemperatur und die Lagerfähigkeit zu verbessern. Der Aushärtegrad wird dabei in der Regel so gewählt, dass die aktuelle Glasübergangstemperatur unterhalb der Raumtemperatur liegt. Für spezielle Anwendungen werden aber auch non-tacky Prepregs angeboten, deren Matrix sich bei Raumtemperatur im glasartigen, ungelerten Zustand befindet. Streng genommen geht also mit der Verwendung konventioneller Prepregs immer ein zweistufiger Aushärteprozess einher.

Folgt man dieser Logik, so stellt auch der von Kappel und Albrecht [34] vorgestellte Prozess zur Umformung ebener, mehrlagiger Preformen aus Prepreg zu Spantrohlingen mittels einer Vakuummembran die Verformung eines teilausgehärteten Laminates dar. Diese Verformung findet im Vergleich zur hier behandelten Geometriekorrektur auch oberhalb der aktuellen Glasübergangstemperatur und lediglich bei einer deutlich geringeren Vorvernetzung statt. Kappel und Albrecht zeigen sowohl die Verschiebung der Einzellagen zueinander als grundlegenden Verformungsmechanismus als auch die starke Kompaktierung des Materials im Bereich von Radien. Beides wird in geringerer Ausprägung auch, wie in Kapitel 4.2.1 beschrieben, bei der Umformung im Temperprozess beobachtet.

2.2.2 Die Umformung duroplastischer Halbzeuge

Hufenbach zeigt in einem Patent [35] auf, dass teilausgehärtete Halbzeuge mit einer duroplastischen Matrix im Temperaturbereich oberhalb ihrer aktuellen Glasübergangstemperatur und unterhalb ihrer Zersetzungstemperatur umgeformt werden können. Er geht dabei auf die Wichtigkeit der Bestimmung des Aushärtegrades ein, macht aber keine Vorschläge zur Lösung dieses Problems. Weiterhin zielt die beschriebene Erfindung darauf ab, Halbzeuge zu fertigen Formteilen umzuformen. Die Anwendung zur Geometriekorrektur spielt in diesem Patent keine Rolle. Darüber hinaus wird weder auf die Verformungsmechanismen noch auf die Auswirkungen auf den Verbundwerkstoff eingegangen. Die in diesem Patent vorgeschlagene Temperaturführung sieht ein einmaliges, kurzes Überschreiten der Glasübergangstemperatur für das Umformen vor. Die weitere Aushärtung soll dann unterhalb der Glasübergangstemperatur erfolgen.

Ein ähnlicher Ansatz wird auch von Scharr [36] in einem Patent beschrieben. Die folgende, daraus entnommene Skizze zeigt den Ablauf.

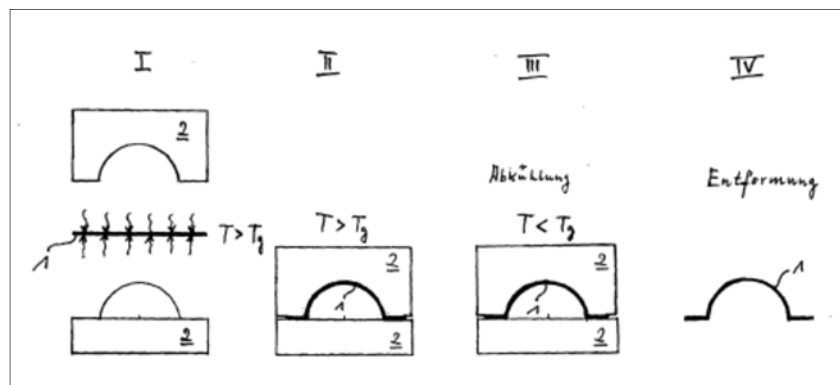


Abbildung 2.6: Verfahren zur Umformung duroplastischer Halbzeuge nach Scharr [36]

Im ersten Schritt wird ein vollständig ausgehärtetes, duroplastisches Halbzeug erwärmt. Scharr gibt dazu den Temperaturbereich zwischen Glasübergangstemperatur und Zersetzungstemperatur an. Im zweiten Schritt wird die Temperatur gehalten und das Werkzeug geschlossen. Danach erfolgen das Abkühlen unter die Glasübergangstemperatur im Werkzeug und anschließend das Entformen. Eine Erklärung, wie Verformungen in einer nutzbaren Größenordnung generiert werden, ohne das schon vollständig ausgehärtete Material zu beschädigen, wird nicht gegeben. Die Verformung eines Epoxids in diesem Zustand erfolgt durch das Strecken und Stauchen der Makromoleküle. Diese Verformung kann zwar durch Unterschreiten der Glasübergangstemperatur fixiert werden, bei einer erneuten Annäherung an diesen Temperaturbereich wird das Laminat aber in seinen Ausgangszustand zurückstreben. Dem wird beim Prozess zur aktiven Geometriekorrektur durch die Verwendung eines niedrig vorausgehärteten Halbzeuges entgegengewirkt, da hier im verformten Zustand eine weitere Vernetzung stattfinden kann. Darüber hinaus suggeriert die Skizze, dass das Formteil nach dem Prozess die vom Werkzeug vorgegebene Geometrie besitzt. Besonders bei dem hier verwendeten, vollständig vernetzten Halbzeug ist ein starkes Rückfedern zu erwarten.

2.2.3 Advanced Pultrusion

Der von Jamco Aircraft Components entwickelte Advanced-Pultrusion-Prozess wird für die Fertigung von Profilen, wie Stringern des Seitenleitwerkes und Floor Crossbeams des Airbus A380, angewandt. Interessant ist, dass es sich hierbei um einen Pultrusionsprozess mit einer zweistufigen Aushärtung innerhalb der Pultrusionsstrecke handelt. Die folgende Abbildung zeigt die einzelnen Schritte dieses Verfahrens.

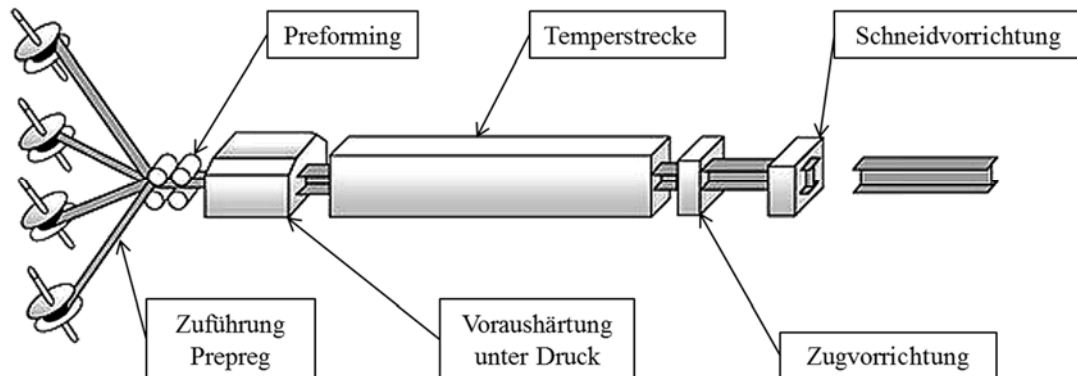


Abbildung 2.7: Übersicht über den Jamco Advanced-Pultrusion-Prozess [37]

Es wird Prepreg von Taperollen zugeführt und vorgeformt. Anschließend wird ein Abschnitt dieses vorgeformten Materials in einem Werkzeug unter Druck bis zu einem Aushärtegrad von circa 70 % vorausgehärtet. Danach wird die Form geöffnet, Material nachgezogen und der teilausgehärtete Abschnitt wird in einem angeschlossenen Durchlaufofen vollständig ausgehärtet [38]. Die zweistufige Aushärtung ermöglicht, die Größe des gestaltgebenden, teuren Voraushärtewerkzeuges zu reduzieren und die Verweildauer des Materials in diesem Werkzeug zu verkürzen. Eine Ergänzung dieses Prozesses um einen Schritt zur Geometriemanipulation ist denkbar.

2.2.4 Hot Sizing Process

Kai et al. [39] beschreiben das Verformen von glasfaserverstärkten 90°-Winkelstücken mit dem Matrixwerkstoff Cycom 970. Im ersten Schritt werden die Winkel für zwei Stunden bei 180 °C ausgehärtet. Dem technischen Datenblatt von Cycom 970 [40] folgend ist davon auszugehen, dass die Winkel nach diesem ersten Schritt vollständig ausgehärtet sind. Danach wird die Abweichung von der Sollgeometrie ermittelt und die Teile werden in eine Verformungsvorrichtung eingelegt, die zwischen 96° und 100° verstellt werden kann. Das Tempern dieser in der Vorrichtung überstreckten Winkel erfolgt bei 150 °C über unterschiedliche Zeitspannen. Das bedeutet, die Glasübergangstemperatur des Materials wird hier zur Verformung nicht überschritten. Die Autoren halten fest, dass die Winkelabweichungen so korrigiert werden können und führen dies auf einen Spannungsabbau durch Kriechprozesse im Material zurück. Eine mögliche Beschädigung der Winkelstücke auf der Innenseite der Radien durch ein Abheben von Einzellagen wird nicht überprüft.

2.2.5 Patent zur Herstellung geometrisch präziser Faserverbundbauteile mit Duromermatrix

In der zurückgezogenen Patentanmeldung EP2674285A1 mit dem Titel „Method and conforming tool for manufacturing pieces of composite material with a high dimensional quality“ von Airbus [41] wird die passive Geometrieangepassung ohne Sensorüberwachung in einem nicht aktiv anpassbaren Werkzeug beschrieben. Beispiel ist ein Doppel-T-Profil das teilweise vorausgehärtet in eine voreingestellte Vorrichtung eingespannt wird. Im Zuge des Temperns soll dann so eine präzise Geometrie eingestellt werden. Der Fokus dieser Anmeldeschrift liegt auf dem Werkzeug und dem zweistufigen Prozess. Ein Rückfedern nach der Korrektur, die Überwachung und Datenerfassung im Prozess und die Auswirkungen auf den Werkstoff werden hier nicht betrachtet. Das beschriebene Vorgehen gleicht der bekannten passiven Geometriekorrektur, da während des Prozesses keinerlei Möglichkeit besteht, das Ergebnis zu kontrollieren oder einzugreifen.

2.3 Erzielbare Toleranzen am Beispiel einer Demonstratorgeometrie

Die aus dem Fertigungsprozess resultierenden Geometrieabweichungen von Faserverbundbauteilen mit Epoxidharzmatrix können in zwei Gruppen aufgeteilt werden. Auf der einen Seite sind das die Abweichungen, die auf das Design des Bauteils, auf die Wahl der Verbundmaterialien sowie der Werkzeugwerkstoffe, den Fertigungsprozess und die Temperaturführung zurückgehen. Die wichtigsten Effekte sind:

| Effekt | Einflussfaktoren |
|------------------------------------|---|
| Spring-In | Bauteildesign, Werkstoffkombination, Prozessführung |
| Warpage | Werkzeugoberfläche, Werkzeugwerkstoff |
| Forced Interaction | Werkzeugkonzept, Werkzeugwerkstoff |
| Gestaltänderung des Formwerkzeuges | Werkzeugdesign, Werkzeugwerkstoff |
| Chemische Schwindung | Matrixwerkstoff, Prozessgestaltung |

Tabelle 2.3: Effekte, die zu Geometrieabweichungen bei Verbundbauteilen führen [42] [43] S. 35

Diese haben gemeinsam, dass sie vor der Bauteilfertigung bekannt sind und dass sie bei jedem Bauteil einer Serie gleichermaßen auftreten. Darüber hinaus zeigen Kappel [44] [45] und Rohwer [46], dass sie mit vertretbarem Aufwand im Vorfeld abgeschätzt werden können. Das bedeutet, dass die Geometrieabweichungen bei der Vorbereitung der Fertigung berücksichtigt und kompensiert werden können.

Die zweite Gruppe an Abweichungen tritt dagegen in unterschiedlicher Ausprägung für jedes einzelne Bauteil oder jeden einzelnen Fertigungsprozess auf. Dazu zählen Variationen des Faserwinkels im Ablegeprozess, Schwankungen der Prozessparameter wie des Druckes im

Werkzeug und lokale Temperaturunterschiede, Abnutzung des Werkzeuges, lokale Unterschiede im Faservolumengehalt oder auch Toleranzen bei der Positionierung von Verstärkungen und Drop-Offs. Diese können im Vorfeld nicht kompensiert werden und führen zu bauteilindividuellen Geometrieabweichungen.

Um den Einfluss dieser Art von Abweichungen abschätzen zu können, wird eine Kleinserie von Bauteilen vermessen und die Ergebnisse werden entsprechend ausgewertet. Als Versuchsbauteil wird hier ein Flügelschalenabschnitt von einem laminar umströmten Tragflügel eines unbemannten Luftfahrzeuges (UAV) mit einer Halbspannweite von circa vierzehn Metern herangezogen. Die folgende Abbildung zeigt die Einbaulage dieses Bauteils am Flugzeug.

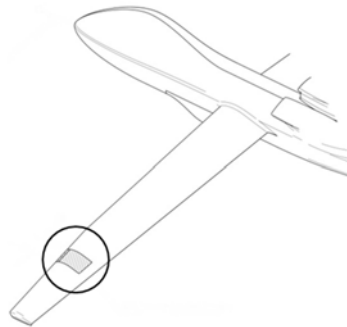


Abbildung 2.8: Einbauposition des Demonstratorbauteils

Von dieser Flügelschale werden fünf Exemplare im selben metallischen Werkzeug und im selben Umfeld, in einem Harzinfusionsprozess aus Kohlenstofffasergelege gefertigt. Die Aushärtung erfolgt mit einer auf Maßhaltigkeit hin optimierten Temperaturführung. Eine detaillierte Beschreibung des Fertigungsprozesses ist bei Aßmann [9] zu finden.

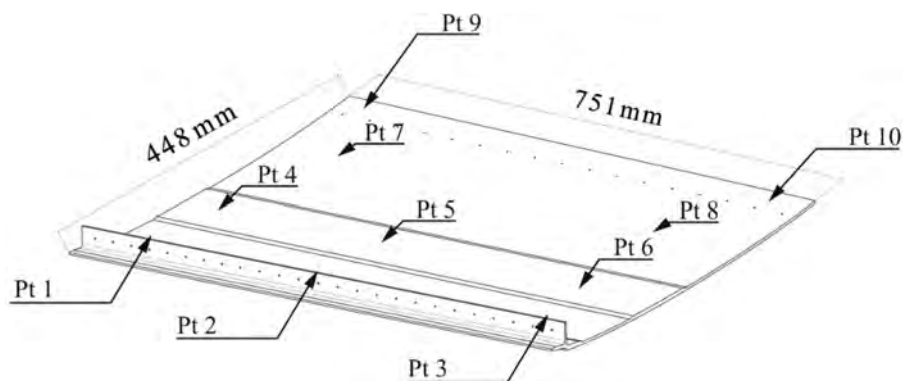


Abbildung 2.9: Hauptmaße und Position der Messpunkte auf dem Demonstratorbauteil

Danach werden, an im Vorfeld definierten Messpunkten, die Abweichungen ermittelt. Die folgende Tabelle enthält das arithmetische Mittel der Abweichung über alle Schalen für jeden einzelnen Punkt.

| Messpunkt | Mittlere Abweichung von der Sollgeometrie [mm] | Standardabweichung σ [mm] |
|-----------|--|----------------------------------|
| Pt 1 | -0,173 | 0,039 |
| Pt 2 | -0,250 | 0,057 |
| Pt 3 | -0,103 | 0,090 |
| Pt 4 | -0,960 | 0,228 |
| Pt 5 | -1,105 | 0,241 |
| Pt 6 | -0,825 | 0,141 |
| Pt 7 | -1,113 | 0,377 |
| Pt 8 | -0,300 | 0,192 |
| Pt 9 | 0,865 | 0,677 |
| Pt 10 | 1,390 | 0,564 |

Tabelle 2.4: Vermessungsergebnisse des Demonstratorbauteils [47]

Der Anstieg der Werte zur Hinterkante hin ist auf die Einspannung zur Vermessung entlang des Interfaces zur Vorderkante zurückzuführen. Geht man nun davon aus, dass die Effekte, die zur mittleren Abweichung führen, im Vorfeld kompensiert werden können, so bleibt die Standardabweichung zu diesen Werten als Indikator für individuelle Abweichungen. Betrachtet man die Punkte neun und zehn, so bedeutet das, dass diese Abweichungen durchaus als kritisch für die in Kapitel 1.5 vorgestellten Anwendungen zu sehen sind. Dies gilt besonders dann, wenn man den Bereich $\pm 2\sigma$ berücksichtigt.

2.4 Zusammenfassung

Die Recherche führt bekannte Fertigungskonzepte auf, die dem Korrekturprozess ähnlich sind oder einzelne Aspekte mit ihm teilen. Es werden entweder teilausgehärtete Profile vollständig ausgehärtet, ohne die Geometrie dabei aktiv zu beeinflussen oder es werden vollständig ausgehärtete Komponenten plastisch verformt. Bei dem von Kappel untersuchten Preformingverfahren wird das Material aktiv über seiner aktuellen Glasübergangstemperatur umgeformt, es befindet sich dabei aber noch im ungelerten Zustand. Das Umformen eines teilvernetzten, faserverstärkten Epoxidharzes im gelierten Bereich oberhalb seiner aktuellen Glasübergangstemperatur wird nur von Hufenbach [35] beschrieben, aber nicht untersucht. Weder bei diesem Patent noch bei Kai et al. [39] wird auf die Auswirkungen eines solchen Vorgehens auf die Matrix oder auf den Verbundwerkstoff eingegangen.

Trotz der Möglichkeit zur Kompensierung von Deformationseffekten treten Geometrieabweichungen auf, die ihren Ursprung in minimalen, nicht vorhersehbaren Schwankungen im Prozess haben. Es ist zwar davon auszugehen, dass der Betrag der unter Kapitel 2.3 vorgestellten Abweichungen durch aufwendige Optimierungen des Fertigungsprozesses weiter reduziert werden kann. Dies ist aber sowohl unter technischen als auch wirtschaftlichen Gesichtspunkten, insbesondere für komplexe Bauteile mit einer niedrigen Stückzahl, nicht immer sinnvoll. Die verbleibenden, schwierig zu beseitigenden Abweichungen können so groß werden, dass sie bei der Herstellung von hochpräzisen Faserverbundkomponenten für Spezialanwendungen nicht vernachlässigt werden dürfen.

3. Prozessentwurf und notwendige Fähigkeiten

Im folgenden Kapitel wird der Ablauf des Prozesses zur aktiven Geometriekorrektur während des Temperns skizziert und im Detail beschrieben. Aus dieser Beschreibung werden die Fähigkeiten und Kenntnisse abgeleitet die notwendig sind, um diesen Prozess anzuwenden. Hierzu zählen zum einen Sensorik und Aktorik und zum anderen das Wissen um die charakteristischen Eigenschaften des zu verwendenden Harzsystems. Darüber hinaus wird auf Basis des Prozessentwurfes ein Vorgehen definiert, anhand dessen der Prozess im weiteren Verlauf der Arbeit hinsichtlich seiner Umsetzbarkeit und seines Einflusses auf die Materialeigenschaften überprüft wird.

3.1 Prozessentwurf zur Geometriekorrektur im Temperprozess

Das hier behandelte Korrekturverfahren und der Entwurf einer Vorrichtung zur Anwendung an einer Flügelvorderkante sind in ihren Grundzügen im deutschen Patent 10 2015 108 338.8 [48] beschrieben. In diesem Abschnitt wird der Prozess anhand von Ablaufplänen näher betrachtet. Mithilfe dieser Pläne werden die für den Prozess notwendigen Fähigkeiten und Teilsysteme identifiziert. Der Fokus dieser Arbeit liegt dabei auf der Überprüfung der technischen Umsetzbarkeit des Korrekturprozesses und der Betrachtung seines Einflusses auf den Verbundwerkstoff. Eine detaillierte Betrachtung des Toleranzmanagements für Faserverbundbaugruppen wird von Wieland [49] am Beispiel von Rotorblättern für Windkraftanlagen beschrieben. Götzfried [50] zeigt darüber hinaus die wirtschaftlichen Aspekte mehrstufiger Fertigungsprozesse am Beispiel einer Turbinenschaufel. Die dort genutzten Methoden können auch für einen Vergleich zwischen einem konventionellen Fertigungsprozess und einem Prozess mit Geometriekorrektur im Temperabschnitt herangezogen werden. Das Ergebnis eines solchen Vergleiches ist jedoch sehr stark vom betrachteten Bauteil und den damit verbundenen Randbedingungen abhängig.

3.1.1 Beschreibung des Lösungsansatzes

Die Grundlage für den Lösungsansatz bildet die Möglichkeit, Faserverbundbauteile mit einer Epoxidharzmatrix im unvollständig ausgehärteten Zustand zu entformen und zu einem späteren Zeitpunkt weiter auszuhärten. Dies erlaubt ein Auftrennen des konventionellen, einstufigen Aushärteprozesses in einen Voraushärte- und einen Temperprozess. Das Tempern kann dabei im selben Werkzeug, in einer speziellen Vorrichtung oder auch freistehend erfolgen. Diese Möglichkeit wird aktuell sowohl zur Reduktion der Belegungszeit von Werkzeugen als auch zur bekannten, passiven Geometriekorrektur mithilfe starrer Vorrichtungen genutzt. Die folgende Abbildung zeigt vereinfacht die Abfolge der toleranzbehafteten Fertigungsschritte für ein Faserverbundbauteil von der Werkzeugfertigung bis zur Montage.

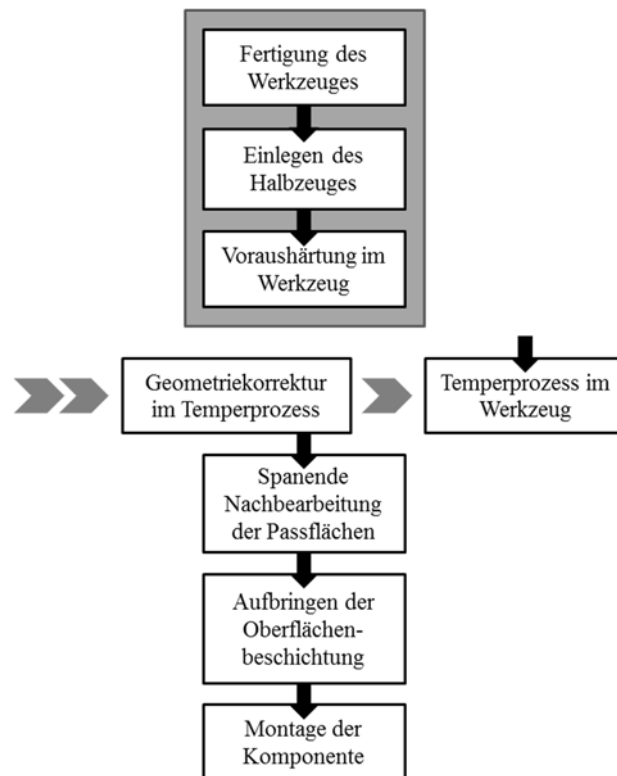


Abbildung 3.1: Toleranzbehaftete Prozessschritte der Faserverbundfertigung

Durch das Einschieben des Korrekturprozesses können die Toleranzen aus dem grau hinterlegten Voraushärteschritt bis zu einem gewissen Grad von den nachfolgenden Schritten entkoppelt werden. Das Entformen nach der Voraushärtung ermöglicht dabei die Messung der geometrischen Abweichungen. Diesen kann dann im Temperprozess entgegengewirkt werden. Das bedeutet, dass auch bei Bauteilen mit sehr hohen Anforderungen an die Geometrietreue Abweichungen nach dem Voraushärteprozess akzeptiert werden können. Das gilt sowohl für einen passiven als auch für einen aktiven Ansatz zur Geometriekorrektur. Bei den Arbeiten am in Kapitel 2.3 vorgestellten Laminarflügel hat sich gezeigt, dass stärkere Abweichungen von der Sollgeometrie besonders den Schritt der mechanischen Nachbearbeitung beeinträchtigen. Zum einen erschweren sie eine exakte Positionierung des Verbundbauteiles in der Aufspannvorrichtung, zum anderen können sie dazu führen, dass der Kontakt zwischen Vorrichtung und Bauteil an notwendigen Punkten nicht gegeben ist. Dies wiederum kann zu Vibrationen während der Bearbeitung und im schlimmsten Fall zu einem Lösen des Bauteils aus der Aufspannung führen. Der Schritt der mechanischen Nachbearbeitung ist als kritisch zu betrachten, da hier die späteren Füge- und

Funktionsflächen und gegebenenfalls auch Befestigungs- und Zentrierbohrungen des Bauteils gefertigt werden. Das bedeutet, der negative Einfluss der Abweichungen auf den späteren Montageprozess kann so noch verstärkt werden. Der Schritt von der passiven Korrektur, bei der die Bauteile in starre Vorrichtungen gezwungen und nach einer im Vorfeld definierten Temperaturkurve getempert werden, hin zum aktiv beeinflussten Prozess, wird durch Fortschritte in der Sensortechnologie und der Datenverarbeitung ermöglicht. Dazu gehören neben der kontinuierlichen Geometrie- und Aushärtegraderfassung auch die Nutzung der bei Hein [28] beschriebenen Simulationsmodelle zur Vorhersage von Verformungen, Spannungszuständen und deren Auswirkungen auf die Geometrie. Ein positiver Nebeneffekt ist dabei, dass die erfassten Daten im Anschluss für einen optimierten Fügeprozess herangezogen werden können. Anwendungen können in diesem Fall die Verfolgung nicht einsehbarer Fügespalte durch die Nutzung virtueller Bauteile oder die Reduzierung der Baugruppentoleranzen durch intelligente Zusammenstellung der Komponenten sein.

Der hier behandelte Korrekturprozess mit dem Ziel der Reduzierung der geometrischen Toleranzen von in Serie hergestellten Bauteilen macht nur dann Sinn, wenn die aus dem Korrekturprozess resultierenden Toleranzen geringer sind als die der Bauteile aus einem konventionellen Fertigungsprozess. Die Ursachen für Schwankungen können sowohl in der komplexen Prozesstechnik als auch im Umformungsverhalten des Verbundwerkstoffes liegen. Beides wird im Zuge dieser Arbeit näher untersucht. Mit Blick auf die Anwendung des Prozesses zur Anpassung von Gleichteilen an individuelle Einbausituationen spielt auch das Umformpotenzial der verwendeten Werkstoffkombination eine Rolle. Es gibt vor, wie nahe die Geometrie des Werkzeuges zur Voraushärtung an der später benötigten Bauteilgeometrie sein muss.

3.1.2 Entwicklung einer Prozessarchitektur

Hier wird der in Abbildung 3.1 eingefügte Baustein „Geometriekorrektur im Temperprozess“ detaillierter dargestellt. Als Start und Schnittstelle zum Voraushärteprozess wird das teilausgehärtete, entformte Bauteil definiert. Als Ende des Teilprozesses und Schnittstelle zur Nachbearbeitung wird das vollständig ausgehärtete, in seiner Geometrie korrigierte Bauteil festgelegt. Für die Anwendung des Korrekturprozesses ist ein Faserverbundbauteil notwendig, dessen Aushärtezustand gerade so weit fortgeschritten ist, dass noch ein ausreichendes Potenzial zur Umformung durch Erweichen der Matrix vorhanden ist. In Kapitel 3.1.3 wird auf die dafür notwendige Temperaturführung während der Voraushärtung näher eingegangen.

In Abbildung 3.2 ist, angelehnt an Programmlaufpläne wie sie in der Informationstechnik verwendet werden [51], ein Ablaufdiagramm des Korrekturprozesses skizziert. Die Bedeutung der verwendeten Symbole ist in DIN 66001 [52] definiert. Es wird davon ausgegangen, dass die relevanten Eigenschaften wie Aushärtezustand und Bauteilgeometrie nach dem Voraushärteschritt bekannt sind. Diese werden an eine Prozesssteuerung übergeben. Dieser zentrale Baustein wird anhand der Abbildung 3.3 noch im Detail betrachtet. Notwendige, nicht variable Inputs von außen sind neben der Zielgeometrie des Bauteils die Eigenschaften der vorliegenden Werkstoffkombination. Hierzu zählen insbesondere das verwendete Faserhalbzeug, die maximal erreichbare Glasübergangstemperatur des Matrixwerkstoffes, dessen Zersetzungstemperatur und vom Hersteller empfohlene Aushärteprozesse. Innerhalb der Prozesssteuerung wird aus den aktuellen Bauteileigenschaften eine Temperaturführung bestimmt,

die durch ein Überschreiten der aktuellen Glasübergangstemperatur ein Erweichen des Bauteiles verursacht. Gleichzeitig wird aus dem Abgleich von Ist- und Zielgeometrie eine notwendige Verformung abgeleitet. Werden Faktoren wie die thermische Ausdehnung im Temperprozess und das Rückfedern des Bauteiles nach der Umformung berücksichtigt, so stimmt diese Zielverformung nicht mit der späteren Zielgeometrie überein. Über Heiz- und Verformungseinrichtungen werden die Bauteileigenschaften manipuliert. Dabei ist zu beachten, dass die Aushärtung weiter voranschreitet. Die für die Prozesssteuerung relevanten Eigenschaften werden dabei mittels geeigneter Sensorik kontinuierlich überwacht. Anhand eines Abgleichs dieser Daten mit den Sollwerten wird die Entscheidung getroffen, ob der Prozess beendet werden kann oder ob die aktualisierten Daten zurück an die Prozesssteuerung gegeben werden müssen. Für das Ende des Korrekturprozesses sind zwei Szenarien möglich:

- Erfolgreicher Prozess
Das Bauteil ist vollständig ausgehärtet, die Geometrie entspricht hinreichend genau der Sollgeometrie.
- Fehlgeschlagener Prozess
Das Bauteil ist zwar vollständig ausgehärtet, die angestrebte Sollgeometrie konnte aber nicht erreicht werden.

Gerade die Kopplung mit neuen, prozessbegleitenden Simulationsmethoden könnte das Risiko eines fehlgeschlagenen Prozesses insbesondere bei geometrisch anspruchsvollen Bauteilen reduzieren. So ist es erstrebenswert, dass auf Basis der Daten des vorausgehärteten Bauteils schon im Vorfeld die Entscheidung getroffen werden kann, ob eine erfolgreiche Geometriekorrektur überhaupt möglich ist.

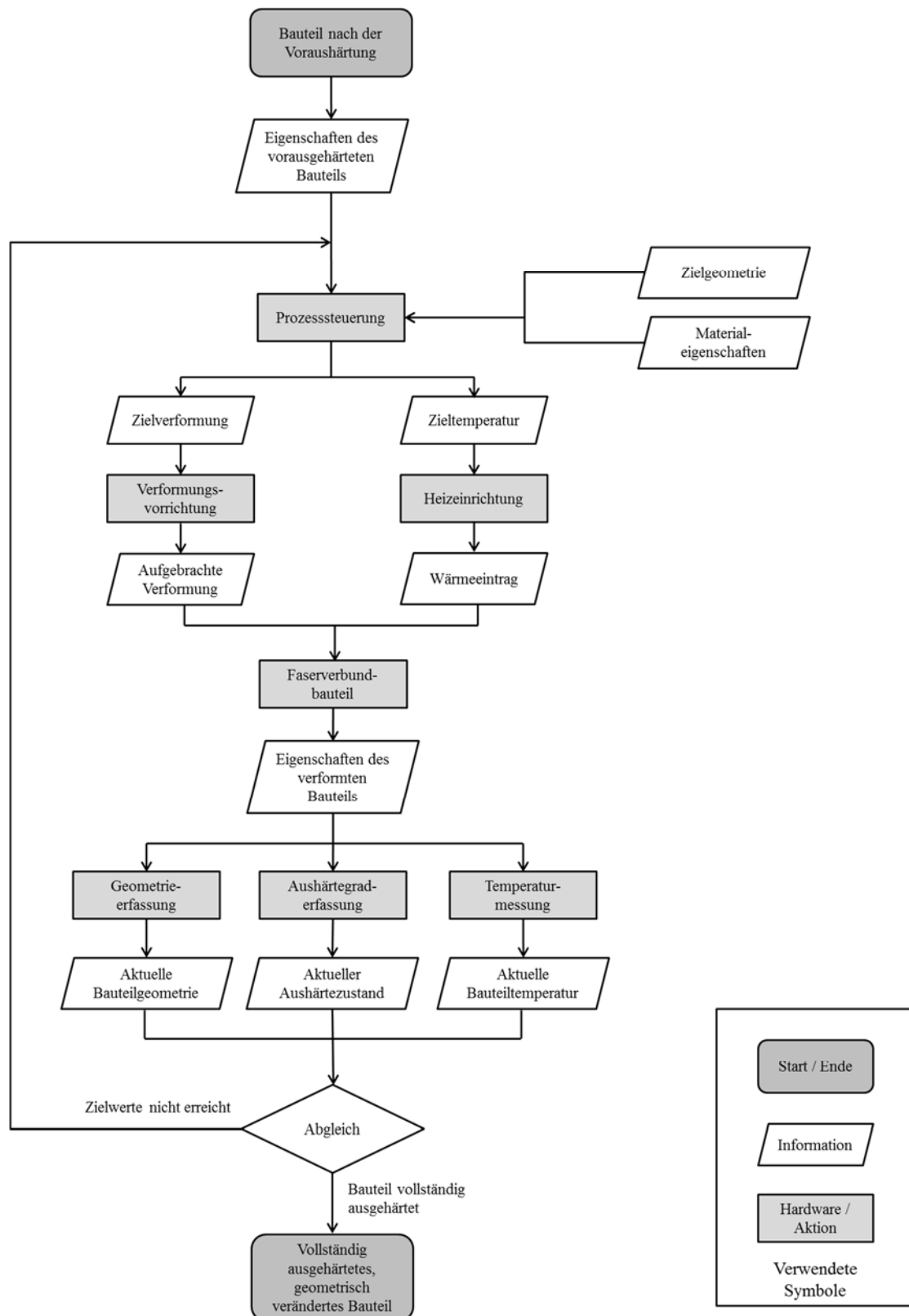


Abbildung 3.2: Ablaufdiagramm der Geometriekorrektur im Temperprozess

Abbildung 3.3 dient dazu, den Block der Prozesssteuerung genauer zu betrachten. Die grundlegenden Bestandteile hiervon sind ein Geometrie- und ein Materialmodell. Der Komplexitätsgrad des jeweiligen Modells spielt dabei für die Beschreibung des Prozesses eine untergeordnete Rolle. Im Geometriemodell wird aus der Ziel- und der Istgeometrie die notwendige Verformung ermittelt, um die Sollgeometrie zu erreichen. Das Materialmodell gibt

auf Basis der Bauteileigenschaften und der Werkstoffeigenschaften eine für das Erweichen notwendige Bauteiltemperatur aus. Wichtig ist hier, dass beide nicht unabhängig voneinander arbeiten können.

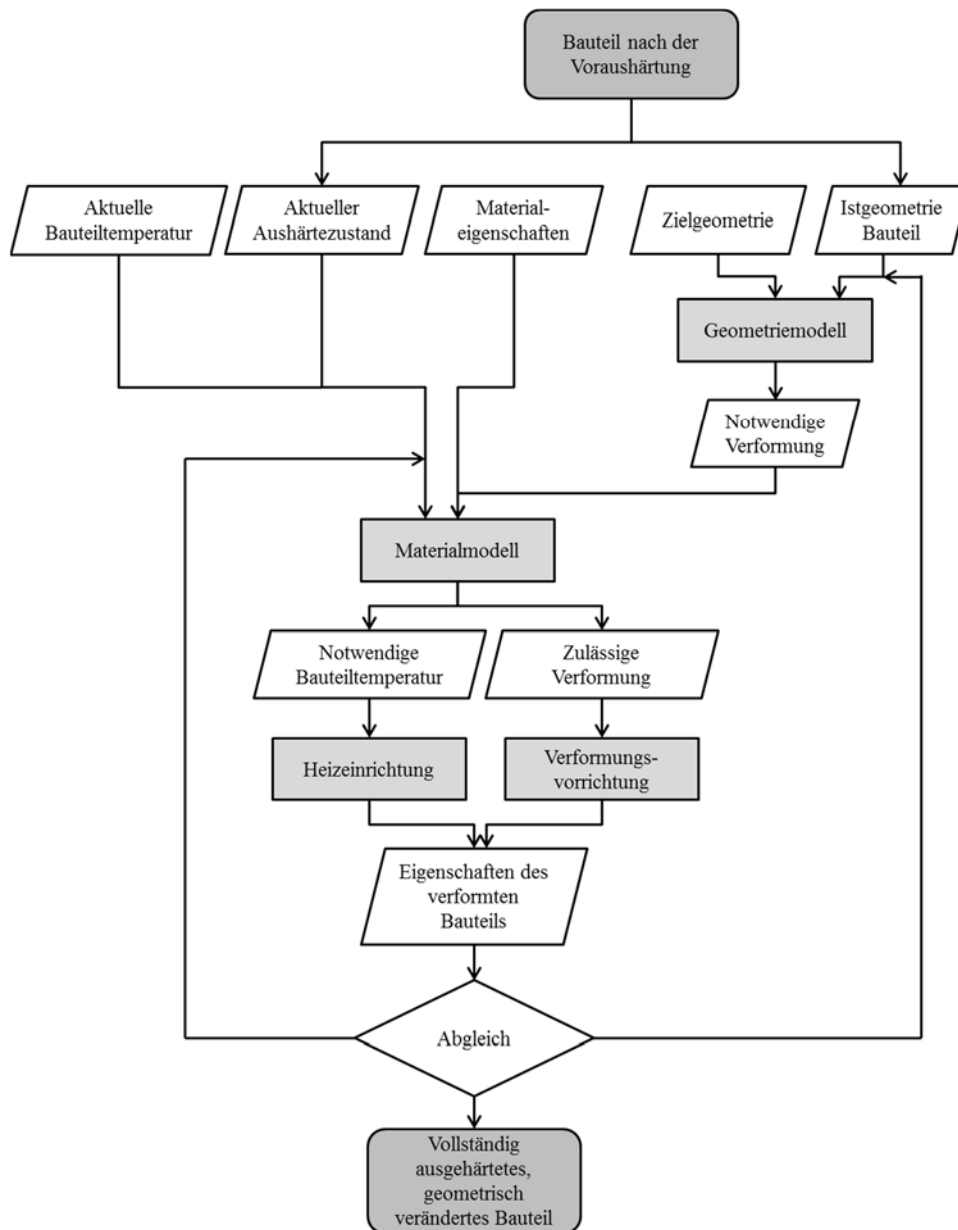


Abbildung 3.3: Verknüpfung von Geometrie- und Materialmodell innerhalb der Prozesssteuerung

So kann das Geometriemodell zwar eine notwendige Verformung ausgeben, diese kann aber unter Umständen die aktuell zulässige, vom Aushärtezustand, der Bauteiltemperatur und der Werkstoffkombination vorgegebene, zulässige Verformung überschreiten. Eine Schädigung des Bauteiles wäre die Folge. Zieht man mehrstufige, lokal unterschiedliche plastische Verformungen an geometrisch anspruchsvolleren Bauteilen in Betracht, so benötigt das Geometriemodell einen Input vom Materialmodell. Dieser muss eine voraussichtliche Temperaturkurve und eine Entwicklung des Umformpotenzials enthalten, um abschätzen zu können, ob trotz der voranschreitenden Aushärtung auch folgende Umformschritte noch erfolgreich durchgeführt werden können. Das bedeutet die Verknüpfung der beiden Modelle wird umso wichtiger, je komplexer das Bauteil und damit verbunden der Korrekturprozess werden. In Abbildung 3.3 ist dabei der einfachste Fall skizziert. Die im Geometriemodell bestimmte notwendige Verformung

wird im Materialmodell hinsichtlich der Umsetzbarkeit geprüft und es wird maximal die zu diesem Zeitpunkt zulässige Verformung an die Vorrichtung weitergegeben. Das bedeutet, dass in diesem Fall eine Beschädigung verhindert wird. Es ist aber möglich, dass die angestrebte Bauteilgeometrie nicht erreicht werden kann.

Der hier vorgestellte Prozess unterscheidet sich in zwei wesentlichen Punkten von der bekannten, passiven Geometriekorrektur durch Tempern in einer starren Vorrichtung. Zum einen ermöglicht die kontinuierliche Überwachung der Bauteileigenschaften, dass die Verformung erst dann aufgebracht wird, wenn das Bauteil vollständig erweicht ist. Im Rahmen der für Kapitel 4.2 und Kapitel 4.3 durchgeführten Arbeiten zum Verformungsverhalten hat sich gezeigt, dass das Aufbringen der Verformung vor dem Aufheizen zu Schädigungen unterhalb des maximalen Umformpotenziales führt. Dies kann darauf zurückgeführt werden, dass die Erwärmung des Bauteiles bei den zur Überschreitung der Glasübergangstemperatur notwendigen steilen Heizrampen nicht gleichmäßig erfolgt. Konkret bedeutet das, dass die Deckschichten einer Biegeprobe erweichen und knittern können, während das Laminat um die neutrale Faser sich noch im glasartigen Zustand befindet. Der zweite wesentliche Unterschied liegt in der Möglichkeit, mehrere aufeinanderfolgende Verformungsschritte an einem Bauteil durchführen zu können. Durch die kontinuierliche Überwachung des Aushärtezustandes kann der mit der fortschreitenden Aushärtung einhergehende Anstieg der aktuellen Glasübergangstemperatur ermittelt werden. Aus diesen Daten lässt sich eine Temperaturführung ableiten, bei der mehrfache Wechsel zwischen dem glasartigen und gummielastischen Matrixverhalten möglich sind.

Da der Fokus dieser Arbeit darauf gerichtet ist, die grundlegenden Mechanismen und den Einfluss eines solchen Verformungsprozesses auf den Verbundwerkstoff zu verstehen, wird für die experimentellen Untersuchungen eine einfache Prozessführung gewählt, bei der eine Verformung nach einem einmaligen Überschreiten der aktuellen Glasübergangstemperatur stattfindet. Weitere, komplexere Prozessführungen würden vor allem den Umfang der für die Kapitel 4 und 5 benötigten Materialprobensätze deutlich erhöhen, aber nicht zu eindeutig unterscheidbaren Ergebnissen führen.

3.1.3 Entwurf einer Temperaturführung

Je weiter die Aushärtung der Epoxidharzmatrix voranschreitet, desto dichter wird das molekulare Netzwerk und desto stärker wird auch unter erhöhter Temperatur die Beweglichkeit der Moleküle eingeschränkt. Dies zeigt sich besonders im Anstieg der aktuellen Glasübergangstemperatur während des Aushärteprozesses. Für den ersten Schritt eines zweistufigen Aushärteprozesses mit Geometriekorrektur im Temperprozess bedeutet das, dass es sinnvoll ist, die Bauteile gerade soweit auszuhärten wie es notwendig ist. Kriterien sind hier das zerstörungsfreie Entformen, eine sichere Handhabung für die Vermessung und die Möglichkeit, die Bauteile formstabil bei Raumtemperatur zu lagern. Die folgende Abbildung zeigt ein TTT-Diagramm, in dem der Bereich markiert ist, der mit dem Voraushärteprozess eingestellt werden sollte. Diese Form der Darstellung bietet sich an, da hier mit einem isothermen Prozess gearbeitet werden kann. Die notwendige Aushärtedauer kann dann dem harzspezifischen Diagramm entnommen werden.

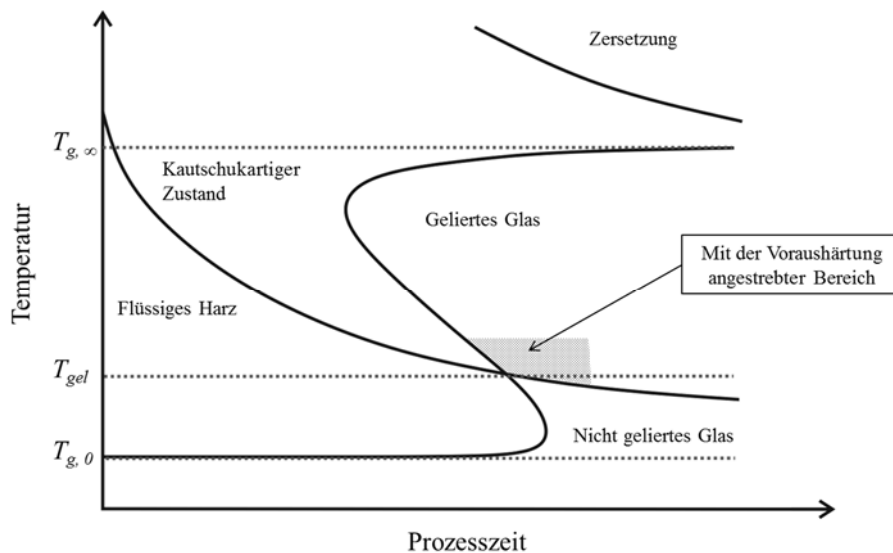


Abbildung 3.4: Im TTT-Diagramm markierter Bereich, der bei der Voraushärtung erreicht werden sollte

Wichtig ist dabei, dass sich das Material zum Ende der Voraushärtung sicher im gelierten, glasartigen Zustand befindet. Abhängig vom verwendeten Epoxidsystem ist es möglich, dass auch Bauteile, deren Matrix sich im nicht gelierten, glasartigen Zustand befindet, entformt werden können. Dies ist dann der Fall, wenn die aktuelle Glasübergangstemperatur schon über der Raumtemperatur liegt, sich im Material aber noch kein ausreichend großes Netzwerk ausgebildet hat. Bauteile in diesem Zustand sind sehr schwer zu handhaben und es besteht die Gefahr, dass die Matrix zu Beginn des Temperprozesses kurzzeitig wieder fließfähig wird. Das Diagramm zeigt, dass der angestrebte Bereich auf unterschiedlichen Wegen erreicht werden kann. So ist dies zum einen bei höherer Temperatur über den flüssigen und gegebenenfalls den kautschukartigen Zustand möglich. Zum anderen kann auch der Weg vom flüssigen Harz über das nicht gelierte Glas hin zum gelierten Glas gewählt werden. Bei der Entscheidung müssen zwei Punkte berücksichtigt werden. Eine niedrige Aushärtetemperatur und die damit verbundenen geringen thermischen Einflüsse beim Weg über das nicht gelierte Glas wirken sich positiv auf die Maßhaltigkeit aus. Spannungen aus der mit der Aushärtung einhergehenden chemischen Schwindung können aber nur im flüssigen und kautschukartigen Zustand abgebaut werden. Der Spannungsaufbau und das Relaxationsverhalten von reinen Epoxidharzen werden von Wenzel [53] und Harsch [29] im Detail betrachtet. Um den angestrebten Bereich sicher zu erreichen, den

Voraushärteprozess dabei aber so kurz wie möglich gestalten zu können bietet es sich an, auch für die Voraushärtung auf eine Aushärtegraderfassung zurückzugreifen. Die Härtingsreaktion solcher vorausgehärteten Bauteile schreitet auch bei einer Lagerung bei Raumtemperatur voran. Die Reaktionsgeschwindigkeit ist abhängig von der Harzchemie und in der Regel relativ gering, da sie im diffusionskontrollierten Bereich stattfindet.

Im Temperprozess ist es vorteilhaft, möglichst früh die aktuelle Glasübergangstemperatur zu überschreiten und die Verformung vorzunehmen. An diesem Punkt hat der Matrixwerkstoff aufgrund der noch relativ geringen Quervernetzung das höchste Potenzial zur plastischen Verformung. Die Aufheizrate sollte hier so hoch gewählt werden, dass die aktuelle Glasübergangstemperatur zügig überschritten wird, es aber zu keinen lokalen Schädigungen am Bauteil kommt. Im Rahmen der Versuche für diese Arbeit hat sich gezeigt, dass die maximale Heizrate in der Regel von der Temperiereinrichtung limitiert wird. Für Epoxidharzsysteme mit einer Glasübergangstemperatur von bis zu 200 °C hat sich eine Aufheizrate von 3 K/min als praktikabel erwiesen. Eine zu flache Rampe um 1 K/min kann dazu führen, dass der Anstieg der aktuellen Glasübergangstemperatur während des Aufheizens ein Erweichen verhindert. Im folgenden CTT-Diagramm sind zwei mögliche Temperaturführungen für einen Korrekturprozess eingezeichnet.

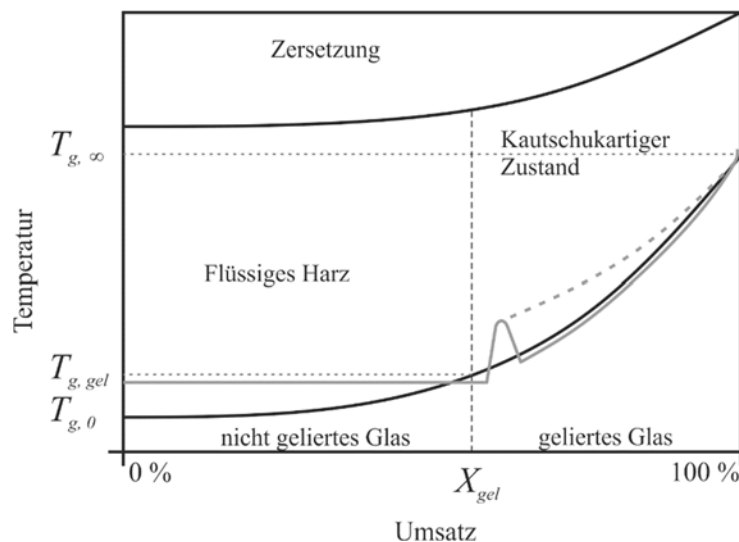


Abbildung 3.5: CTT-Diagramm mit Prozessführungen für die Geometriekorrektur im Tempersschritt

Beide haben gemeinsam, dass die aktuelle Glasübergangstemperatur direkt zu Beginn überschritten wird. Die gestrichelte Linie zeigt den einfacheren Prozess, bei dem die Matrix danach bis zur vollständigen Aushärtung im kautschukartigen Zustand gehalten wird. Die Verformung wird dabei ab dem Zeitpunkt des Erweichens bis zur vollständigen Aushärtung aufgebracht. Ein Vorteil ist hier die relativ lange Zeitspanne, die zur Relaxation zur Verfügung steht. Ein Nachteil ist die Tatsache, dass erst am Ende des Prozesses das Ergebnis sichtbar ist. Hier setzt die mit einer durchgezogenen Linie eingezeichnete Prozessführung an. Nach dem Erweichen und Aufbringen der Verformung wird die Aufheizrate stark reduziert, sodass die Bauteiltemperatur unter die aktuelle Glasübergangstemperatur fällt. Das Bauteil befindet sich wieder im gelierten, glasartigen Zustand und ist formstabil. Die Verformungsvorrichtung kann nun in einen Zustand Verfahren werden, in dem sie keine Kräfte auf das Bauteil ausübt und die Bauteilgeometrie kann entweder über die Vorrichtung oder ein zusätzliches Erfassungssystem überprüft werden. Von dem von Hufenbach vorgeschlagenen Verfahren [35] unterscheidet sich die aktive Geometriekorrektur insbesondere dadurch, dass durch die Datenerfassung mehrere

aufeinanderfolgende Korrekturzyklen zur Annäherung an die Sollgeometrie bis zur vollständigen Aushärtung durchgeführt werden können.

3.1.4 Konzept zur Überprüfung der Umsetzbarkeit

In diesem Abschnitt wird ein Konzept zur Überprüfung der Umsetzbarkeit des Korrekturprozesses erstellt. Zum einen soll damit die Frage beantwortet werden ob es möglich ist, diesen Prozess wie beschrieben durchzuführen. Zum anderen soll damit überprüft werden, welche Auswirkungen ein auf diese Weise modifizierter Prozess auf den Verbundwerkstoff hat.

Die Umsetzbarkeit des in Abbildung 3.2 skizzierten aktiven Korrekturprozesses hängt in erster Linie davon ab, ob Systeme zur Verfügung stehen, die die Erfassung der kritischen Bauteileigenschaften im Temperprozess ermöglichen. Im ersten Schritt wird also Sensorik zur Überwachung der Bauteilgeometrie und zur Detektion des Materialzustandes ausgewählt und hinsichtlich ihrer prinzipiellen Eignung überprüft. Darüber hinaus wird ein Aktuatorkonzept vorgestellt, mit dessen Hilfe die Verformung des Verbundbauteiles unter Prozessbedingungen realisiert werden kann. Eine wichtige Anforderung an all diese Systeme ist dabei die Möglichkeit zur Vernetzung, um den Korrekturprozess automatisieren zu können. Diese Basisfähigkeiten werden im Laufe der Arbeit kombiniert und für Versuchsaufbauten herangezogen. Eine weitere wichtige Voraussetzung für die Anwendung des Prozesses ist das Wissen über das Verhalten des Matrixwerkstoffes während der Aushärtung. Hierfür werden zwei Harzsysteme auf ihre Eignung hin untersucht und charakterisiert. Darüber hinaus wird in einer dynamisch-mechanischen Analyse das Erweichen eines Epoxidharzes beim Überschreiten der aktuellen Glasübergangstemperatur näher betrachtet. Das Ziel der genannten Untersuchungen ist es, alle notwendigen Werkzeuge und Fähigkeiten für den Prozess bereitzustellen.

Für eine Entscheidung über die Anwendung des Korrekturprozesses ist es notwendig, das Verformungspotenzial des Verbundwerkstoffes zu kennen. Darüber hinaus müssen Beeinträchtigungen des Materials durch die Prozessführung im Vorfeld bekannt sein. Für die Untersuchungen des Verformungspotenzials und der Auswirkungen des Prozesses auf den Werkstoff wird das mit Glasfaserhalbezeug verstärkte Epoxidharz Huntsman LY564 mit dem Härter Aradur 22962 gewählt. Das Harz eignet sich aufgrund des weiten Verarbeitungsfensters hinsichtlich der Aushärtetemperatur sehr gut für einen zweistufigen Aushärteprozess. Darüber hinaus wird parallel zu dieser Arbeit von Hein [28] ein Modell entwickelt, das die Kopplung von Aushärtung und mechanischem Verhalten dieses Harzes abbildet. Dies ist besonders für die spätere Automatisierung notwendig. Die Verwendung von Glasfasern hat bei diesen grundlegenden Untersuchungen den Vorteil, dass Beschädigungen im Laminat sofort erkannt werden können. Zur Beschreibung der Verformungs- und Schädigungsmechanismen werden Laminatproben in Biegeversuchen unter Temperbedingungen übermäßig stark verformt. Charakteristische Beschädigungen werden mithilfe von Schliiffbildern analysiert. Der Einfluss der Prozessführung auf die Materialeigenschaften wird in drei Schritten vom reinen Matrixwerkstoff zum Verbund hin untersucht. Dies soll es ermöglichen, einzelne Einflussfaktoren zu identifizieren, die sich im Verbundwerkstoff gegebenenfalls überlagern. Im ersten Schritt werden dafür Zugversuche an, mit verschiedenen Temperaturkurven ausgehärteten Reinharzproben durchgeführt. Im nächsten Schritt wird dann der Einfluss auf das Faser-Matrix Interface an verformten und nicht verformten Laminatproben ermittelt. In einem Schub-Zugversuch wird schließlich untersucht, in wie weit sich die zuvor gefundenen Effekte auf die Eigenschaften des

Verbundwerkstoffes auswirken. Dieser von den Matrixeigenschaften dominierte Versuch wurde dabei bewusst gewählt, da hier die Chance am höchsten ist, klare Ergebnisse zu erzielen. Klassische faserdominierte Versuche sollten dann im Anschluss folgen. Abschließend wird der Aufbau prozessinduzierter Spannungen im Laminat experimentell untersucht. Hierfür werden Laminatproben mit faseroptischen Dehnungssensoren ausgestattet und auf unterschiedliche Arten getempert und verformt. Die so gewonnenen Daten sollen sowohl Aufschluss über den Betrag an resultierenden Eigenspannungen in Abhängigkeit vom Prozess als auch über den Verformungsvorgang selbst geben. Das Ziel der Materialuntersuchungen ist es, negative Einflüsse auf die Leistungsfähigkeit des Verbundwerkstoffes wenn möglich auszuschließen oder aber diese zumindest abschätzen und minimieren zu können.

3.2 Benötigte Fähigkeiten zur Geometriekorrektur im Temperprozess

Aus dem Diagramm in Abbildung 3.2 geht hervor, dass gewisse Fähigkeiten und Vorrichtungen vorhanden sein müssen, um die aktive Geometriekorrektur im Temperprozess anwenden zu können. Die Anforderungen an diese Systeme werden in den folgenden Unterkapiteln beschrieben und es werden konkrete Lösungsvorschläge dargelegt. Eine Übersicht über die Bandbreite der verfügbaren In-Line-Sensoren zur Prozessüberwachung und ihre Anwendungsmöglichkeiten ist bei Konstantopoulos et al. [54] zu finden. Die Erfassung der Bauteiltemperatur wird hier nicht näher betrachtet. Die Verwendung von Thermoelementen entspricht dem Stand der Technik und hat sich bei den Versuchen im Rahmen dieser Arbeit als ausreichend und zuverlässig erwiesen. Bei komplexen, dickwandigen Bauteilen ist lediglich darauf zu achten, dass eine ausreichende Anzahl an Messstellen an aussagekräftigen Positionen zur Verfügung steht. Die Heizleistung der Temperiervorrichtung muss so dimensioniert sein, dass diese eine für das vorliegende Bauteil und das dafür verwendete Harzsystem ausreichend steile Heizrampe liefern kann.

3.2.1 Erfassung des Aushärtezustandes im Temperprozess

Das Referenzmessverfahren zur Ermittlung des Aushärtegrades bei den hier durchgeführten Experimenten ist die Bestimmung der Restenthalpie mithilfe der dynamischen Differenzkalorimetrie (DSC). Das Verfahren wird von Ehrenstein [32] S. 23 beschrieben und ist in der Norm DIN 51007 [55] festgehalten. Aufgrund der sehr geringen benötigten Menge Reinharz von ca. 20 mg ist das Verfahren im Vergleich zu anderen Prüfmethoden wie der TMA oder DMA grundsätzlich gut geeignet, den Aushärtezustand von Faserverbundbauteilen zu ermitteln. Ein entscheidender Nachteil ist, dass nur Stichproben geprüft werden können. Das bedeutet, dass die direkte Erfassung des Aushärteverlaufes eines Verbundbauteiles ohne Eingriffe in den Prozess mit diesem Verfahren nicht möglich ist. Ein bekannter Prozess kann mit der Technik aber nachgefahren werden. Für die Geometriekorrektur im Temperprozess ist die Erfassung des Aushärtezustandes an zwei Stellen wichtig. Zum einen muss sichergestellt werden, dass die Bauteile nach der Voraushärtung einen Aushärtezustand aufweisen, der ein gefahrloses Entformen zulässt und der gleichzeitig noch ein hohes Umformpotenzial bietet. Zum anderen muss im Temperprozess der Materialzustand abgeleitet werden können, damit der Verformungsprozess sicher gesteuert werden kann. Es ist dabei nicht zwingend notwendig, dass an beiden Stellen das gleiche Messverfahren angewandt wird.

Die Aushärtegraderfassung während der Voraushärtung kann mit klassischen werkzeuggebundenen Verfahren durchgeführt werden. Ein Beispiel hierfür ist das von Liebers [56] maßgeblich weiterentwickelte Verfahren auf Basis von Ultraschallsensoren. Bei Versuchen im Rahmen der Probenfertigung für diese Arbeit hat sich das System an einem zweiseitigen Werkzeug als nutzbar erwiesen [57]. So kann aus der Signalgeschwindigkeit im Werkzeugspalt während der Aushärtung ein Rückschluss auf die Viskosität des Materials gezogen werden. Sieht man von einer kontinuierlichen Datenerfassung ab, so ist es für die Voraushärtung auch ausreichend, einen anhand der Harzcharakteristik vordefinierten Prozessverlauf abzufahren. Nach dem Entformen können dann Stichproben für eine DSC-Analyse entnommen werden. Diese können dann als Startwerte für den Temperprozess genutzt werden.

Anspruchsvoller gestaltet sich dagegen die Erfassung des Materialzustandes im Temperprozess. Die wichtigste Anforderung hier lautet, dass mithilfe des Systems der Wechsel zwischen dem glasartigen und dem entropieelastischen Bereich klar erkennbar sein muss. Darüber hinaus muss das System widerstandsfähig gegenüber der Bewegung des Bauteils während der Verformung und gegenüber der Prozesstemperatur sein. Das Bauteil selbst darf dabei nicht beeinträchtigt werden. Die elektromagnetische Verträglichkeit muss mit Blick auf die Leistungsschaltung der Heizeinrichtung gewährleistet sein. Ein Durchschallungsverfahren, wie es für die Voraushärtung vorgeschlagen wird, ist hier nur schwer umsetzbar. Es ist denkbar, ein Sensorpaar an das Bauteil zu klemmen. Durch die Wärmeausdehnung, das Erweichen und den dabei ansteigenden Wärmeausdehnungskoeffizienten ist es aber schwierig, die Laufstrecke zu definieren. Ein weiteres verwandtes Verfahren, welches für den Temperprozess geeigneter scheint, ist die Überwachung mittels Impedanzspektroskopie von Piezoaktuatoren wie es von Pommer [58] beschrieben wird. Hier können Piezoelemente genutzt werden, die schon im Urformprozess an einer geeigneten Stelle in das Bauteil integriert werden. Zum Zeitpunkt der Versuchsdurchführung stand noch kein kommerzielles, auf diesem Prinzip basierendes System zur Verfügung.

Eine widerstandsfähige und in beiden Prozessabschnitten einsetzbare Lösung stellt die dielektrische Aushärtegraderfassung dar. Die Sensoren solcher Systeme können je nach Typ sowohl fest im Werkzeug verbaut werden als auch in die Bauteiloberfläche integriert werden. Bei einem zweistufigen Prozess bedeutet das, dass ein Sensor im Bauteil nach dem Entformen wieder angeschlossen werden kann, um ihn für den Temperprozess zu nutzen. Abbildung 4.20 zeigt einen solchen dielektrischen Foliensensor, eingebettet in eine Biegeprobe. Eine Beeinträchtigung des Bauteils kann ausgeschlossen werden, indem der Sensor auf einer Abreißgewebeschicht oder am Besäumungsrand positioniert wird.

Das Messverfahren beruht darauf, dass im Epoxidharz polare chemische Verbunde wie zum Beispiel Hydroxylgruppen existieren. Darüber hinaus können Restmengen von Chlor- und Natriumionen aus dem Herstellungsprozess vorliegen. Mithilfe dieser wird während der Herstellung die Epoxidgruppe am Bisphenol A erzeugt. Auf diesem Ausgangsstoff basiert auch das in dieser Arbeit betrachtete Huntsman LY564. Erfasst wird die Ausrichtung und Polarisierung dieser Ladungsträger in einem aufgetragenen elektrischen Feld. Mit steigendem Aushärte- und Vernetzungsgrad wird die Beweglichkeit der Ladungsträger eingeschränkt [59] S. 7, [60], [61] S. 379. Aus der resultierenden Kapazitätsveränderung ergibt sich die Dielektrizitätszahl ϵ^* . Da sich die dielektrischen Eigenschaften der Matrix während des Aushärteprozesses mit dem Aushärtegrad und der Temperatur ändern, ist dieser Wert keine Konstante.

Die komplexe Dielektrizitätszahl ϵ^* setzt sich wie folgt zusammen:

$$\epsilon^*(\omega) = \epsilon' + j \epsilon'' \quad 3.1$$

Dabei ist:

ϵ' = Permittivität

Sie gibt die Polarisationsfähigkeit des Materials wider

ϵ'' = Dielektrischer Verlustfaktor

Dies ist der Energieverlust, der sowohl aus der zeitabhängigen Bewegung der Dipole im Medium als auch aus der Ionenleitfähigkeit resultiert [60, 62]. Dielektrischer Verlustfaktor und Permittivität sind wie folgt verknüpft:

$$\tan \delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} \quad 3.2$$

Hier wird die Ähnlichkeit mit den Zusammenhängen in Bezug auf die mechanischen Eigenschaften deutlich [59].

Der dielektrische Verlustfaktor setzt sich wie folgt zusammen:

$$\epsilon'' = \frac{\sigma}{2\pi f \epsilon_0} + \epsilon_d'' \quad 3.3$$

Dabei ist:

σ = Ionenleitfähigkeit

f = Frequenz

ϵ_0 = Permittivität im freien Raum

ϵ_d'' = Beitrag der Dipole

Die Ionenleitfähigkeit aus obiger Gleichung ergibt sich aus:

$$\sigma = \sum_i q_i N_i \mu_i \quad 3.4$$

Mit:

q = Ladungsstärke

N = Ladungsdichte

μ = Ionenmobilität

Geht man davon aus, dass sowohl Ladungsstärke q als auch die Anzahl der Ladungsträger gegebene Materialeigenschaften sind, so hängt der dielektrische Verlustfaktor direkt von der Ionenmobilität μ ab. So ermöglicht ein niedrig vernetztes, nicht glasartiges Epoxidharz unterhalb des Gelpunktes eine hohe Mobilität. In einem stark vernetzten Epoxidharz oberhalb des Glasübergangs ist die Mobilität dagegen weitestgehend unterbunden. Daraus kann man ableiten, dass ein solches Messsystem sehr gut geeignet ist, um die Änderung der Viskosität von flüssig

über den Gelpunkt bis hin zu glasartig zu verfolgen. Einschränkungen ergeben sich zum einen im Bereich eines verglasten Epoxidharzes unterhalb des Gelpunktes, da hier die Ionenmobilität trotz niedrigen Aushärtegrades stark eingeschränkt ist. Zum anderen ist es schwierig den Aushärtegradverlauf in Temperprozessen zu verfolgen, bei denen die Aushärtetemperatur immer unter der aktuellen Glasübergangstemperatur der Matrix bleibt. Nach dem frühen Übergang in den glasartigen Zustand treten bei einer solchen Prozessführung nur geringe Änderungen der Ionenmobilität auf. Ehrenstein zeigt den Zusammenhang zwischen der Leitfähigkeit und der Viskosität experimentell mithilfe einer dielektrischen Messung in einem Rotationsviskosimeter [32] S. 74.

Für die Versuche zur Detektion des Erweichens und zum Umformpotenzial wird das PDE-1 System [63] der Firma Gel Instrumente AG genutzt. Dieses ermöglicht zum einen die Nutzung kostengünstiger Foliensensoren, zum anderen besitzt das Gerät eine frei zugängliche Schnittstelle. Diese macht es möglich, die dielektrische Aushärtegraderfassung mithilfe einer Labview-Software in den Gesamtentwurf zur Geometriekorrektur zu integrieren [64]. Abbildung 3.14 zeigt beispielhaft zwei mit diesem System aufgenommene Leitfähigkeitsverläufe für die Voraushärtung von RTM6.

3.2.2 Verfolgung der Bauteilgeometrie

Aus dem Ablaufdiagramm zur Geometriekorrektur im Temperprozess in Abbildung 3.2 geht hervor, dass die Daten zur Istgeometrie des Bauteils im Verlauf des Prozesses je nach Komplexität des Verformungsvorganges mehrfach aktualisiert werden müssen. Das bedeutet es muss ein System gefunden werden, welches bei Temperaturen bis 200 °C eine ausreichend große Zahl an Messpunkten verfolgen kann und dabei mit einer Genauigkeit im Bereich von 0,1 mm arbeitet. Abgesehen von der Temperaturbeständigkeit können auf einer Vielzahl an taktilen Einzelsensoren basierende Messsysteme dann funktionieren, wenn ihre Grundeinstellung anhand der Daten eines weiteren Systems vor Prozessbeginn kalibriert wird. Da dies bei Raumtemperatur geschieht, kann zur Kalibrierung ein beliebiges Messsystem verwendet werden. Im Prozess muss dann sichergestellt werden, dass sich die Anbindungspunkte der einzelnen Sensoren nicht unvorhergesehen bewegen. Darüber hinaus muss eine Drift der Sensorsignale über einen längeren Temperprozess ausgeschlossen werden.

Eine relativ einfache Lösung zur Entkopplung der Geometriedatenerfassung von der Verformungsvorrichtung stellt die Nutzung eines Stereokamerasystems dar. Das Kamerasystem kann dabei aktiv gekühlt innerhalb der Temperiereinrichtung angebracht sein. Einfacher und kostengünstiger ist in der Regel eine Positionierung außerhalb mit Zugängen durch Sichtfenster. In Anhang A ist ein solches System vor einem mit einer entspiegelten Glasscheibe ausgestatteten Laborofen abgebildet. Ein entscheidender Vorteil einer solchen Lösung für den vorliegenden Anwendungsfall ist, dass alles verfolgt werden kann, was sich innerhalb des Sichtfensters befindet. Das bedeutet es ist möglich, die Bauteilgeometrie, die Verformung der Vorrichtung und die Bewegung der Aktoren gleichzeitig zu erfassen. Die Genauigkeit eines solchen Systems wird durch thermische Schlierenbildung innerhalb der Heizeinrichtung und durch Imperfektionen der Sichtfenster beeinträchtigt.

Die Tauglichkeit eines solchen Systems für diesen Anwendungsfall wird experimentell überprüft. Genutzt wird das Sensorsystem Pontos [65] der Firma GOM GmbH. Dieses besitzt eine offen

nutzbare Schnittstelle, über die nahezu in Echtzeit Messdaten an andere Systeme übergeben werden können. Das bedeutet die Daten können genutzt werden, um den Hub der Zylinder oder Pneumatikkissen innerhalb der Temperiereinrichtung zu regeln [66]. Darüber hinaus können die Geometriedaten auch einer Prozessbegleitenden Simulation zur Verfügung gestellt werden.

In einem Laborofen werden Probenkörper aus Stahl und Aluminium positioniert, die ein lineares Wärmedehnungsverhalten aufweisen. Die folgende Abbildung zeigt den Blick auf die Probenkörper durch das Kamerasystem.



Abbildung 3.6: Blick auf den Versuchsaufbau zur Ermittlung der Genauigkeit des optischen Messsystems

Auf den Probenkörpern werden Punkte definiert, deren Verschiebung unter Temperatureinfluss relativ zueinander gemessen wird. Der absolute Fehler ist hier weniger von Bedeutung, da im Prozess eine kontinuierliche Kalibrierung über eine im Messfenster positionierte Referenz möglich ist. Interessanter zur Beurteilung der Nutzbarkeit ist die Streuung um den erwarteten Wert. Die folgende Abbildung zeigt die Auswertung der Messdaten am Beispiel der Stahlprobe.

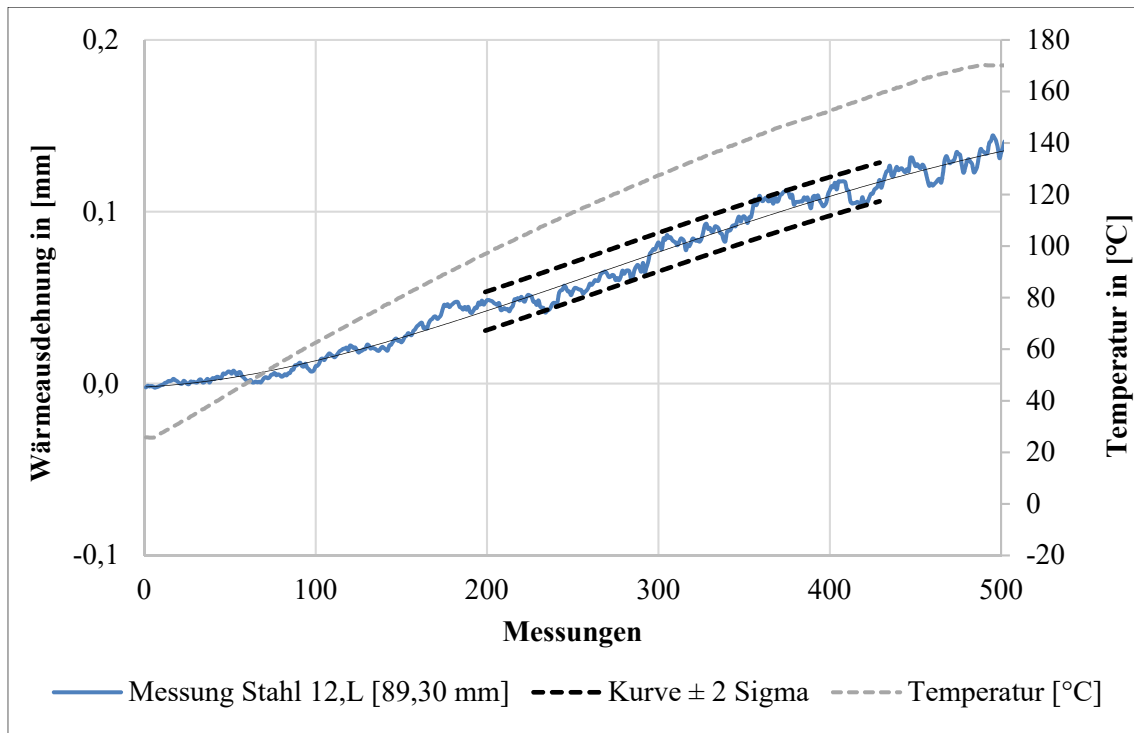


Abbildung 3.7: Messung der Wärmeausdehnung eines Probenkörpers aus Stahl zur Bestimmung der Genauigkeit des optischen Messsystems

Die Bestimmung der Abweichung erfolgt im Bereich zwischen den Messpunkten 200 und 430, da hier ein näherungsweise lineares Verhalten vorliegt. Unter der Annahme eines stetigen Dehnungsverhaltens wird eine Ausgleichkurve in die Messdaten gelegt. Danach wird die Abweichung der Messwerte von dieser Kurve bestimmt. Im Diagramm ist der Bereich $\pm 2\sigma$ markiert. Man kann erkennen, dass das Rauschen und damit auch die Standardabweichung mit steigender Temperatur leicht zunehmen. Dies ist in erster Linie auf die Strömungen im Laborofen und die Dichteabhängigkeit des Brechungsindex der Luft zurückzuführen. Parallelitätsfehler der Glasscheibe besitzen keine Temperaturabhängigkeit und spielen nur dann eine Rolle, wenn das Kamerasystem relativ zur Scheibe bewegt wird. Die folgende Tabelle beinhaltet die Ergebnisse für alle Probenkörper.

| Messung | Standardabweichung σ [mm] |
|-------------------------------|----------------------------------|
| Abstand Alu 11,L [356,28 mm] | 0,0060 |
| Abstand Alu 12,L [357,06 mm] | 0,0064 |
| Abstand Alu 21,L [356,89 mm] | 0,0098 |
| Abstand Alu 22,L [356,51 mm] | 0,0101 |
| Abstand Stahl 11,L [89,32 mm] | 0,0068 |
| Abstand Stahl 12,L [89,30 mm] | 0,0056 |

Tabelle 3.1: Messergebnisse des Experiments zur Ermittlung der Genauigkeit des optischen Messsystems

Da das System die einzelnen Punkte verfolgt, spielt weniger die Bauteilgröße und eher die Position des Punktes relativ zum Kamerasystem eine Rolle. Die leicht höheren Werte des Probenkörpers Alu 2 sind auf eine überlagerte Torsion zurückzuführen. Die Ergebnisse zeigen, dass das System im relevanten Temperaturbereich die Ergebnisse liefern kann, die für den aktiven

Korrekturprozess notwendig sind. Mit einem einzelnen Kamerasystem kann circa ein Quadratmeter Bauteilfläche erfasst werden. Für größere Bauteile müssen also mehrere Kamerasysteme kombiniert werden. Eine gemeinsame Kalibrierung der Systeme kann auf die gleiche Art wie die Genauigkeitsbestimmung erfolgen, sofern die Messfelder Überlappungen aufweisen.

Die Erfassung von flächigen Informationen ist möglich. Vorversuche zeigten aber, dass dies aufgrund der Schlechten Ausleuchtung von Öfen und Autoklaven keine zufriedenstellenden Ergebnisse liefert. Des Weiteren ist der daraus resultierende Datenstream sehr aufwändig in der schnellen Weiterverarbeitung.

3.2.3 Aufbringen der Verformung unter Prozessbedingungen

Unter Berücksichtigung der notwendigen geometrischen Genauigkeit, der Größe der Faserverbundbauteile und der mehrstufigen Temperaturführung macht der Entwurf einer absolut exakten Vorrichtung keinen Sinn. Alleine die Positionierung im Temperofen oder ein thermisch bedingter Verzug können zu höheren Ungenauigkeiten führen, als für das Gesamtsystem zulässig sind. Der vorgeschlagene Lösungsansatz besteht darin, das Wärmedehnungsverhalten der Vorrichtung, soweit dies möglich ist, durch das Design und die Wahl der Werkstoffe an das Bauteil anzupassen. Darüber hinaus können die Fixierungs- und Lasteinleitungspunkte so gelagert werden, dass sie nur Kräfte in der gewünschten Richtung aufbringen können. Die Feineinstellung und das Verfahren der Auflagepunkte zur Verformung erfolgt dann mithilfe der Daten der optischen Geometrieerfassung nach der Bauteilgeometrie und nicht nach der Vorrichtungsgeometrie.

Zur Korrektur einer Flügelvorderkante würde man diese entlang der Nasenleiste in eine Vorrichtung einspannen, die in Spannweitenrichtung ein ähnliches Dehnungsverhalten wie das Bauteil aufweist. Geht man von einer Gestaltabweichung wie sie in Abbildung 1.3 gezeigt wird aus, so muss einmal im Bereich des Interfaces zur Flügelschale und einmal bei ca. $\frac{1}{4}$ der Profiltiefe eine Kraft aufgebracht werden. Dies ist in der folgenden Abbildung skizziert.



Abbildung 3.8: Vorrichtungsentwurf zur Korrektur einer Flügelvorderkante [67]

Die Vorrichtung muss dabei insoweit offen gestaltet sein, dass die notwendigen Messpunkte auf dem Bauteil für das optische Messsystem erfassbar sind. Theoretisch sind auch Wegaufnehmer an allen verstellbaren Auflagepunkten denkbar. Deren Messergebnis wird aber von der

Prozesstemperatur beeinflusst und es müsste zusätzlich zu Beginn des Prozesses eine Kalibrierung stattfinden.

Die entscheidende Komponente einer solchen Vorrichtung ist der Aktor. Die Tabelle 3.2 enthält die wichtigsten Anforderungen an dieses Bauelement. Besondere Bedeutung kommt der Temperaturbeständigkeit zu. Berücksichtigt man, dass die Möglichkeit bestehen soll, Luftfahrtbauteile mit den verbreiteten Harzsystemen Hexcel RTM6 oder Hexcel 8552 zu verformen, so muss diese bei mindestens 200 °C liegen. Da der Werkstoff beim Überschreiten der Glasübergangstemperatur sehr weich wird, muss die Lasteinleitung mit einer niedrigen Flächenpressung erfolgen. Der notwendige Verfahrensweg muss bei der Auswahl des Aktors berücksichtigt werden und hängt von der Bauteilgeometrie und der Einbauposition innerhalb der Vorrichtung ab. Für die Umsetzung eines automatisierten Prozesses wie er in Kapitel 3.1.2 beschrieben wird, ist es zwingend notwendig, dass der Aktor ins Gesamtsystem eingebunden werden kann und dass er ein Verfahren während des Prozesses erlaubt.

| Nr. | F / W | Beschreibung | Zahlenwert |
|-----|-------|---------------------------------------|----------------------------|
| 1 | F | Temperaturbeständigkeit | 200 °C |
| 2 | F | Großflächige Lasteinleitung | max. 0,1 N/mm ² |
| 3 | F | Verfahrensweg | Bauteilabhängig |
| 4 | F | Stellkraft | Bauteilabhängig |
| 5 | F | Verknüpfung mit dem Gesamtsystem | - |
| 6 | F | Verstellbarkeit während des Prozesses | - |
| 7 | W | Geringer Bauraum | - |
| 8 | W | Möglichkeit zur Kraftmessung | - |
| 9 | W | Geringer Wartungsaufwand | - |
| 10 | W | Einfache Austauschbarkeit | - |
| 11 | W | Niedriger Preis pro Modul | - |

Tabelle 3.2: Anforderungen an einen Aktor zur Geometriekorrektur im Temperprozess

Ein geringer Bedarf an Bauraum ist aus zwei Gründen wünschenswert. Zum einen wirkt sich dies positiv auf die Einsehbarkeit durch das optische Messsystem aus, zum anderen können dann, sofern notwendig, mehr Einzelaktoren auf der Bauteilfläche platziert werden. Eine weitere Wunschforderung ist die Möglichkeit der Erfassung der aufgebrachten Kraft. Dies kann zum Schutz des Bauteiles vor Beschädigung genutzt werden. Darüber hinaus kann die Vorrichtung mithilfe dieser Daten zu Beginn des Prozesses auf die Istgeometrie eingestellt werden, da ein Kraftanstieg den Kontakt zum Bauteil anzeigt. Betrachtet man den in Abbildung 3.8 rechts gezeigten Vorrichtungsentwurf für ein Vorderkantensegment, so wird anhand der benötigten Anzahl klar, dass die einzelnen Aktoren einfach zu warten, zu ersetzen und günstig in der Anschaffung sein sollten.

Grundsätzlich können die genannten Festforderungen mit rein elektrischen Aktoren erfüllt werden. So können diese zum Beispiel außerhalb der Temperiereinrichtung angebracht und über Züge mit der Vorrichtung verbunden werden, um die Temperaturbeständigkeit des Systems zu gewährleisten. Außerdem sind Sonderanfertigungen möglich, die auch dauerhaft in diesem Temperaturbereich eingesetzt werden können. Gleiches gilt auch für Pneumatik- und Hydraulikzylinder. Durch die Wärmeausdehnung der Dichtelemente bei höheren Temperaturen können bei diesen Systemen aber Stick-Slip-Effekte auftreten.

Eine deutlich simplere Lösung, die Bauraum spart und alle genannten Anforderungen erfüllt, ist die Nutzung von Pneumatikkissen, die mit Druckregelventilen angesteuert werden. Die begründete Auswahl dieser Lösung ist in [67] dokumentiert. Die Ventile können außerhalb der Temperiereinrichtung platziert werden und es sind lediglich Durchführungen für die Pneumatikleitungen notwendig. An Anlagen, die für die Faserverbundfertigung genutzt werden, sind diese Durchführungen in der Regel vorgesehen. Darüber hinaus besitzt diese Lösung den Vorteil, dass Druckschwankungen aufgrund der Temperaturführung direkt durch das Regelventil ausgeglichen werden. Die folgende Abbildung zeigt die Skizze der Elastomerkissen, die im Aufbau zum aktiven Vierpunktbiegeversuch in Kapitel 4.3.1 genutzt und auf ihre Tauglichkeit hin überprüft werden. Das verwendete Kissen ist für Kräfte bis 200 N spezifiziert.

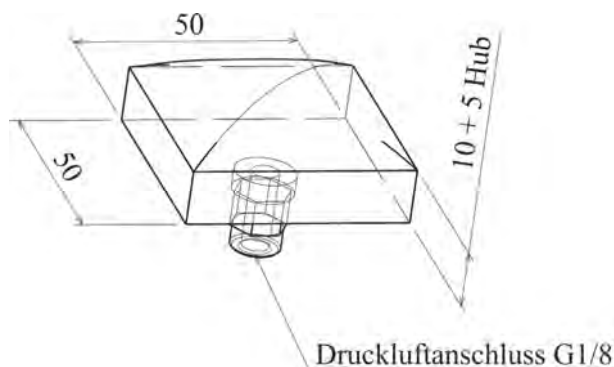


Tabelle 3.3: Skizze des verwendeten Pneumatikkissens

Die Ansteuerung erfolgt über ein Festo VPPE-3-1-1/8 Proportional-Druckregelventil. Das Ventil gibt den Istdruck im Kissen aus. Über eine im Vorfeld aufgenommene Kennlinie kann so ein Rückschluss auf die aufgebrachte Kraft gezogen werden. Die Positionsregelung eines elektrischen Linearzylinders und eines solchen Pneumatikkissens auf Basis des Datenstreams eines optischen Messsystems konnte in Labview umgesetzt werden und wird in [66] detailliert behandelt. Das bedeutet, dass für das kontrollierte Verfahren der Aktoren im Temperofen keine weitere Sensorik neben dem optischen Messsystem notwendig ist.

3.3 Charakterisierung des Epoxidharzes Hexcel RTM6 1K

Zur Definition geeigneter Aushärteprozesse und zur Beurteilung des Materialverhaltens während der im Rahmen der Arbeit durchgeführten Experimente ist es notwendig, die genutzten Epoxidharzsysteme im Vorfeld zu charakterisieren. Obwohl die Materialversuche für diese Arbeit an Proben aus Huntsman LY564 / Aradur 22962 durchgeführt werden, werden hier die für den Prozess wichtigsten Charakteristika von RTM 6 angegeben. Dies geschieht aufgrund der Relevanz dieses Harzsystems für die Luftfahrtindustrie und soll eine Grundlage für weiterführende Arbeiten bilden.

3.3.1 Zusammensetzung von RTM6 1K

Beim Harzsystem RTM6 1K des Herstellers Hexcel handelt es sich um ein in der Luftfahrt zugelassenes Harzsystem, welches für Infusions- und RTM-Prozesse geeignet ist. Das

warmhärtende Epoxidharz besitzt bei Raumtemperatur eine sehr hohe Viskosität und muss zur Verarbeitung vorgewärmt werden. Vorteile des Harzsystems sind die hohe Temperaturbeständigkeit der daraus hergestellten Bauteile und die Verfügbarkeit als 1K-System. Das bedeutet, dass das System vom Hersteller vorgemischt wird und Fehler im Mischungsverhältnis bei der Endverarbeitung damit ausgeschlossen werden können. Dem Sicherheitsdatenblatt [68] und Torstrick et al. [69] folgend, besteht es aus drei Bestandteilen.

Tetraglycidyl Methylen Dianilin fungiert dabei als Harzkomponente des Systems. Abbildung 3.9 zeigt das Molekül mit den charakteristischen Epoxid-Dreiringen an beiden Enden.

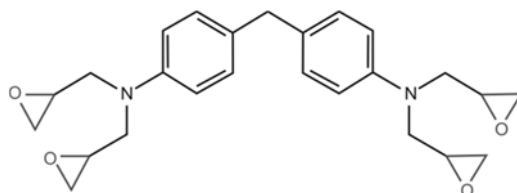


Abbildung 3.9: Strukturformel von Tetraglycidyl Methylen Dianilin [70]

Eine Besonderheit, vor allem im Vergleich mit Araldite LY 564 ist die Tatsache, dass hier vier Dreiringe pro Molekül vorhanden sind. Das heißt Tetraglycidyl Methylen Dianilin kann mit insgesamt vier Aminogruppen reagieren und ist somit tetrafunktional.

4,4'-Methylenbis (2,6-Diethylanilin), dessen Strukturformel in der folgenden Abbildung gezeigt ist, besitzt zwei primäre Aminogruppen. Über diese kann es Verbindungen zu insgesamt vier Epoxidmoleküle eingehen.

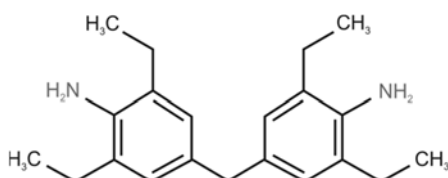


Abbildung 3.10: Strukturformel von 4,4'-Methylenbis (2,6-Diethylanilin)

4,4'-Methylenbis(2-Isopropyl-6-Methylanilin) ist diesem sehr ähnlich und die dritte Komponente des RTM6-Systems. Es unterscheidet sich vom oben genannten 4,4'-Methylenbis (2,6-Diethylanilin) lediglich durch zwei zusätzliche Methylgruppen und es besitzt die selbe Funktionalität.

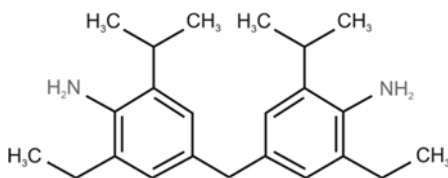


Abbildung 3.11: Strukturformel von 4,4'-Methylenbis(2-Isopropyl-6-Methylanilin)

Dadurch, dass sowohl Harz- als auch Härterkomponenten dieses Systems tetrafunktional sind, ist eine hohe Quervernetzung während der Aushärtung möglich. Diese erklärt die guten mechanischen und thermischen Eigenschaften des Epoxidharzes.

3.3.2 Gesamtenthalpie von RTM6 1K

Am Institut für Faserverbundleichtbau und Adaptronik des DLR wurde in fünf Messungen mit einer Heizrate von 2 K/min eine Gesamtreaktionsenthalpie von $456,2 \text{ J/g} \pm 19,7 \text{ J/g}$ für RTM6 1K bestimmt. Das Materialdatenblatt des Herstellers [71] gibt hierfür 450 J/g an. Auch Hein [28] hat bei seinen Untersuchungen mit $458,3 \text{ J/g} \pm 25 \text{ J/g}$ einen sehr ähnlichen Wert ermittelt.

3.3.3 Verknüpfung von Aushärtegrad und Glasübergangstemperatur bei RTM6 1K

Für das folgende Diagramm werden die von Hein [28] gemessenen Daten mit den für diese Arbeit bestimmten Werten zusammengeführt. Auf die teils starke Abweichung der Messwerte von der nach Di-Benedetto berechneten Linie im mittleren Aushärtegradbereich wird in Kapitel 3.4.3 näher eingegangen, da bei LY564 / Aradur 22962 ähnliche Verschiebungen auftreten.

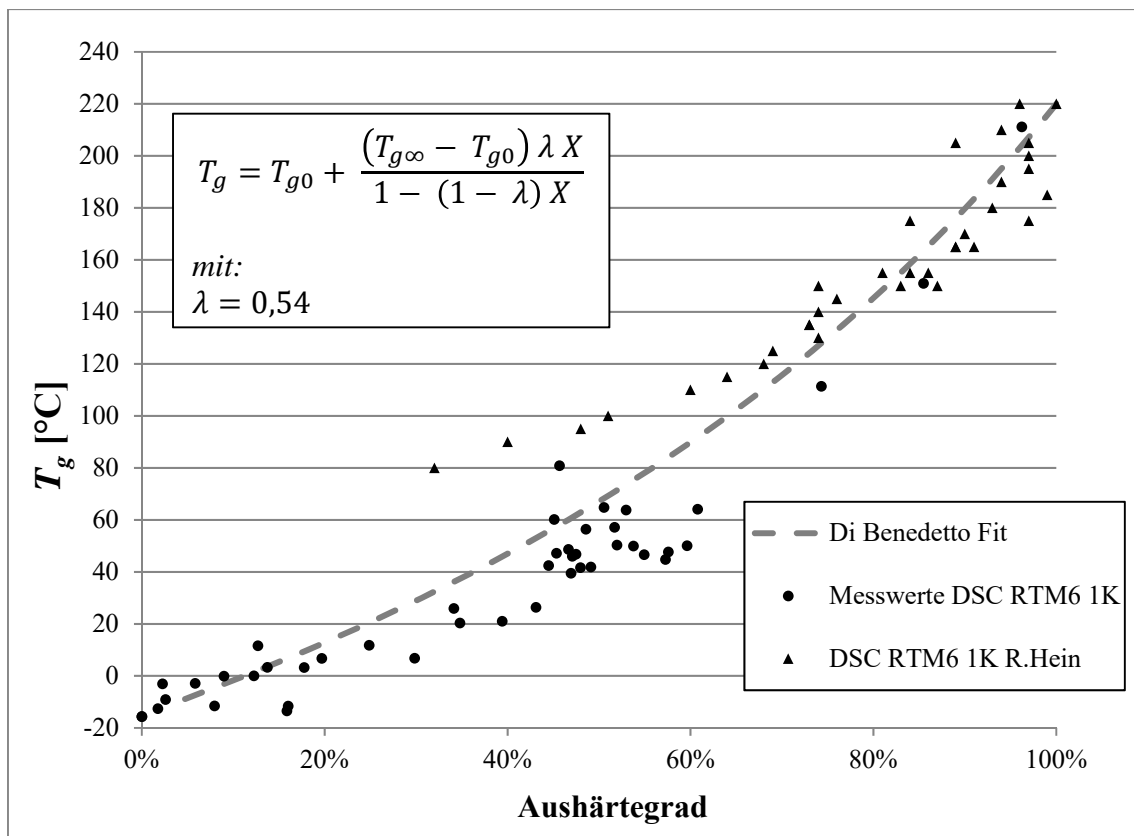


Abbildung 3.12: Gesammelte DSC-Messwerte zum Zusammenhang von X und T_g für RTM6 1K, zusammengeführt mit den von Hein [28] ermittelten Werten.

Um die Vergleichbarkeit der in Abbildung 3.12 zusammengefassten Messwerte zu gewährleisten, wird zur Berechnung des Aushärtegrades aus der Restenthalpie die von Hein [28] ermittelte Gesamtreaktionsenthalpie für Hexcel RTM6 1K von 458 J/g herangezogen.

3.3.4 Verglasungszeit von RTM6 1K

Die Kenntnis der Verglasungszeit ist notwendig, um im Initial-Cure-Schritt teilweise ausgehärtete, entformbare und handhabbare Faserverbundbauteile herstellen zu können.

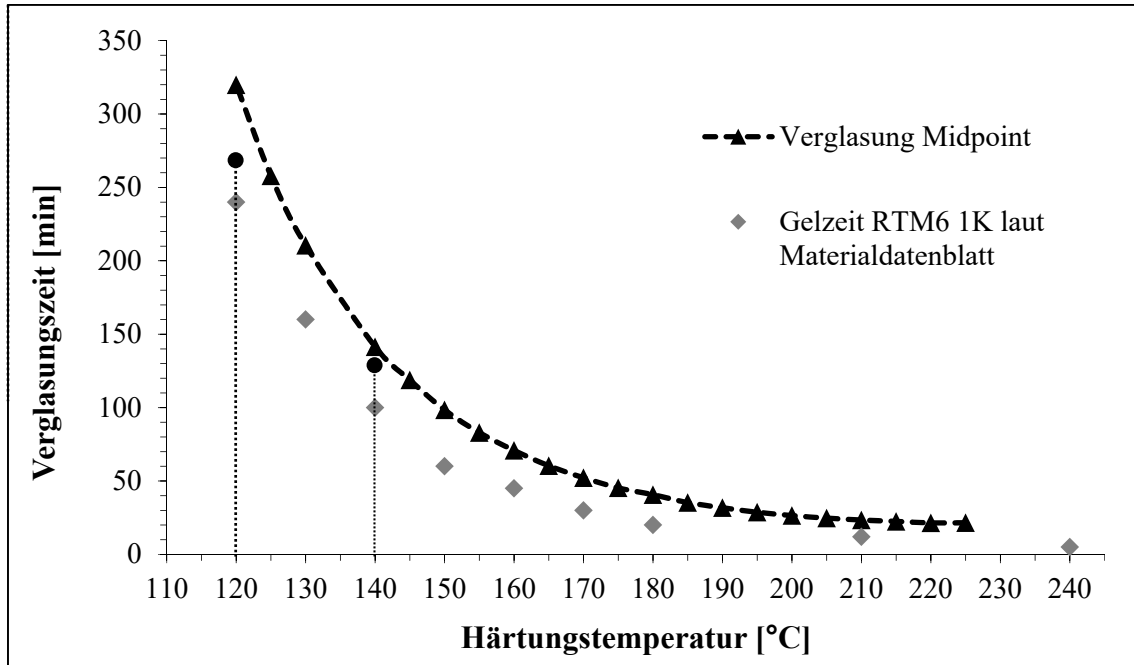


Abbildung 3.13: Verglasungszeiten von RTM6 1K bei isothermer Aushärtung, ermittelt von Exner et al. mittels MDSC [69] [71]

Der Zielzustand nach dem Initial-Cure-Schritt für Faserverbundbauteile mit RTM6 Matrix, welche zweistufig ausgehärtet werden sollen und deren Geometrie gegebenenfalls im Temperprozess noch korrigiert werden soll, liegt zwischen der Gel- und Glasübergangslinie im obigen Diagramm. Das Bauteil sollte nach dem ersten Prozessschritt entformbar sein. Dies ist gegeben, wenn der Gelpunkt überschritten ist und die Glasübergangstemperatur deutlich oberhalb der Raumtemperatur liegt. Der morphologische Zustand der Matrix sollte also ein glasartiges Gel sein. Gleichzeitig sollte die Prozesstemperatur so niedrig wie möglich sein, um die negativen thermischen Effekte in Bezug auf die Bauteilgeometrie gering zu halten. Das Gleiche gilt für den resultierenden Aushärtegrad nach dem Initial-Cure-Schritt. Je niedriger dieser ist, desto höher ist das Potenzial einer Geometriekorrektur im Temperprozess. Für RTM6 1K werden zwei mögliche isotherme Initial-Cure-Prozesse überprüft. Zum einen bei einer Temperatur von 120 °C für 270 Minuten und zum anderen bei einer Temperatur von 140 °C für 130 Minuten. Beide sind im obigen Diagramm markiert.

In einem zweiseitigen, wassertemperierten Versuchswerkzeug aus Aluminium wird jeweils eine Reinharzplatte aus RTM6 1K bei 120 °C und bei 140 °C gefertigt. Die folgenden beiden Diagramme zeigen die dabei erfassten Daten. Die Temperaturverläufe zeigen, dass die Temperierung es ermöglicht, Temperaturspitzen aufgrund von Exothermie zu verhindern. Des Weiteren erlaubt sie ein sehr schnelles Abkühlen zum gewünschten Prozessende, um ein Nachvernetzen zu unterbinden. Der Leitwert wurde über einen im Werkzeug platzierten Foliensensor mittels dielektrischer Analyse aufgezeichnet.

Das verwendete Gelnorm PDE-1 System liefert hier keine Absolutwerte zum Aushärtegrad, die Kurvenverläufe können aber als Referenz für weitere Prozesse genutzt werden.

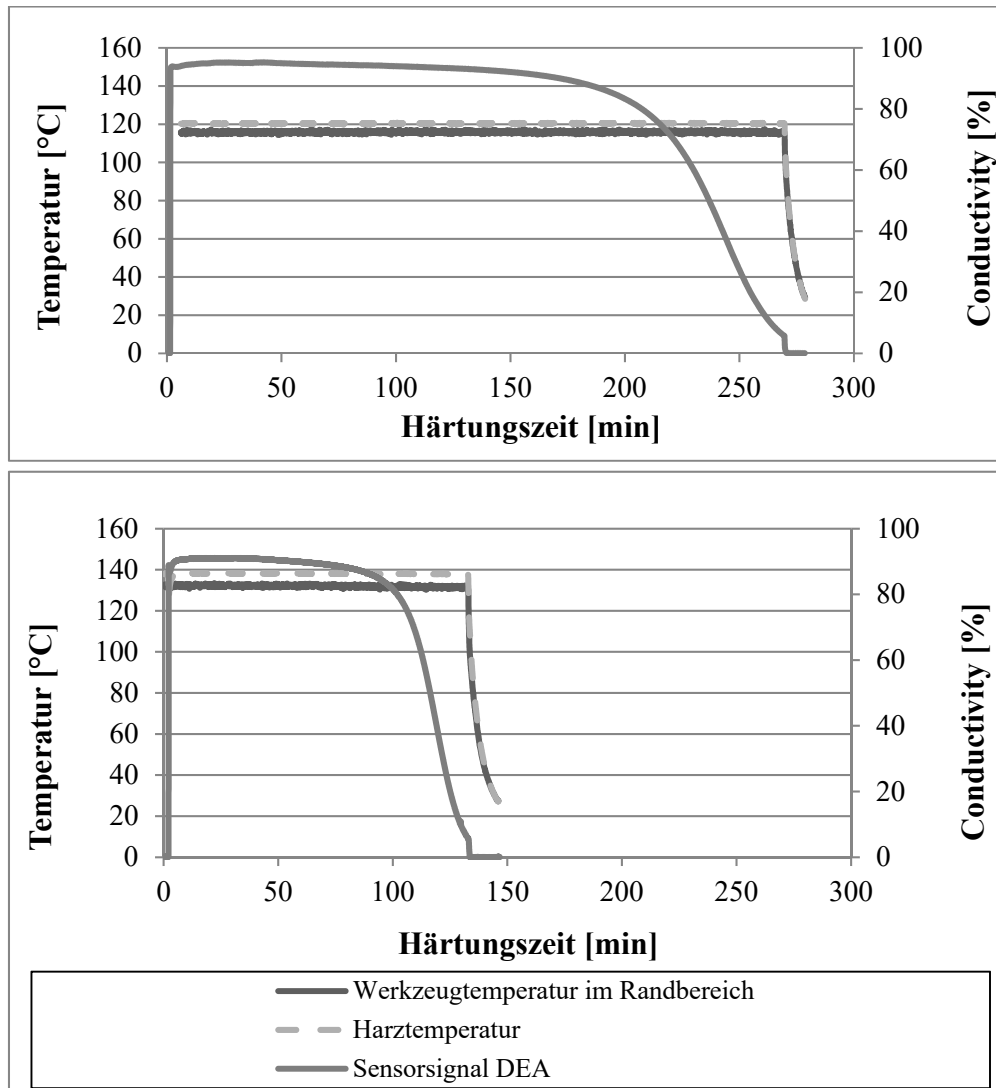


Abbildung 3.14: Isotherme Aushärteversuche für den Initial-Cure-Prozess von RTM6

Das Harz wird dabei im Vorfeld auf 80 °C vorgewärmt und in das auf die jeweilige Aushärtetemperatur vorgeheizte Plattenwerkzeug eingegossen. Nach Ablauf der vorgegebenen Prozessdauer wird das Werkzeug aktiv abgekühlt und die Reinharzplatte kann entformt werden. Der Aushärtezustand des Harzes wird im Anschluss mithilfe einer DSC-Analyse ermittelt. Die folgende Tabelle enthält die Ergebnisse dieser Untersuchung.

| Härtungstemperatur | Aushärtedauer | T_g | $X_{initial}$ |
|--------------------|---------------|--------------------|---------------|
| 120 °C | 270 min | $64,1 \pm 2,1$ °C | ~ 48% |
| 140 °C | 130 min | $111,4 \pm 0,7$ °C | ~ 67% |

Tabelle 3.4: Vorschläge für den Initial-Cure-Prozess für RTM6 1K

Stellt man beide vorgeschlagenen Prozesse gegenüber, so erzielt man bei 120 °C und 270 Minuten einen Aushärtezustand, der trotz der Berücksichtigung der Datenblattwerte eher am unteren Ende des nutzbaren Bandes anzusiedeln ist. Im Vergleich zu den experimentell

ermittelten Werten zum Gelpunkt aus Tabelle 2.1 ist die Matrix hier noch sehr schwach vernetzt und dadurch sehr spröde. Dies kann zur Zerstörung der Faserverbundbauteile beim Entformen nach dem Initial-Cure-Schritt führen. Ein Nachteil des Prozesses bei 140 °C ist die höhere Temperatur und damit der größere Einfluss thermischer Effekte. Vorteile sind die kürzere Prozesszeit und der resultierende Aushärtezustand. Dieser lässt ein sicheres Entformen zu, bei gleichzeitig ausreichend großem Potenzial zur Geometriekorrektur im Post-Cure-Prozess.

Grundsätzlich sind die angestrebten Glasübergangstemperaturen und Aushärtegrade auch bei höheren Härtungstemperaturen in entsprechend kürzerer Zeit zu erreichen. Dabei steigt allerdings das Risiko, nach dem Initial-Cure-Schritt schon einen zu hohen Aushärtegrad zu erhalten. Dies gilt insbesondere bei weniger gut kontrollierbaren Randbedingungen im Vergleich zum Reinharzplattenwerkzeug. So haben die Art der Energiezufuhr, der Werkstoff, die Geometrie des Werkzeuges und die Faserverstärkung einen Einfluss auf den Aushärtevorgang der Matrix. Diesem Risiko kann durch den Einsatz einer prozessbegleitenden Aushärtegraderfassung begegnet werden. Es eignen sich die hier angewandte dielektrische Analyse und auch die von Liebers untersuchte und weiterentwickelte Aushärtegraderfassung auf Basis von Ultraschallsensoren [56].

3.3.5 Der Gelpunkt von RTM6 1K

Für RTM6 1K errechnet sich der Gelpunkt aus den Gleichungen 2.1 und 2.2 wie folgt. Die Harzkomponente und auch beide Härterbestandteile sind hier tetrafunktional. Geht man von einem stöchiometrischen Verhältnis von Harz und Härter aus, so ergibt sich mit:

$$f_1 = 4$$

$$f_2 = 4$$

$$B = 1$$

$$X_{1_{gel}} = \sqrt{\frac{1}{(4-1)(4-1)}} = 0,3 \quad 3.5$$

Zum Zeitpunkt des Gelierens sind im Falle von RTM6 1K 33 % der Harzkomponente umgesetzt. Durch die Verwendung einer tetrafunktionalen Harzkomponente ist es relativ früh im Aushärteprozess wahrscheinlich, dass sich ein Molekül mit unendlich hohem Molekulargewicht ausbildet [14] S. 67.

Die mit diesem Aushärtegrad verknüpfte Glasübergangstemperatur kann nach der Gleichung 2.7 berechnet werden. Für die benötigten Glasübergangstemperaturen werden die von Hein [28] ermittelten Werte herangezogen.

mit:

$$X_{gel\ RTM6} = 0,3$$

$$T_{g0\ RTM6} = -15,03\ ^\circ\text{C}$$

$$T_{g\infty\ RTM6} = 226,07\ ^\circ\text{C}$$

$$\lambda = 0,54$$

$$T_{g\ gel\ RTM6} = -15,03\ ^\circ\text{C} + \frac{(226,07\ ^\circ\text{C} - (-15,03\ ^\circ\text{C})) 0,54 * 0,33}{1 - (1 - 0,54) 0,33} \quad 3.6$$

$$T_{g\ gel\ RTM6} = 36\ ^\circ\text{C}$$

Es zeigt sich, dass die rechnerisch ermittelten Werte deutlich unter den experimentell ermittelten Werten aus Tabelle 2.1 liegen. Die Berechnung gibt die Glasübergangstemperatur aus, ab welcher mit hoher Wahrscheinlichkeit auf Basis der Funktionalitäten der Komponenten ein unendlich großes Netzwerk vorliegt. Die Art wie dieses Netzwerk ausgebildet ist und in wie weit es in der Lage ist Scherkräfte zu übertragen, spielt dabei allerdings keine Rolle. Ein nicht berücksichtigtes, stark unstöchiometrisches Verhältnis von Harz- und Härterkomponente könnte auch zu dieser Abweichung führen. Setzt man die experimentell ermittelten Werte in Gleichung 2.1 ein so erhält man allerdings ein Verhältnis, das die Leistungsfähigkeit des Systems stark beeinträchtigen würde. Für die im Zuge dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen und Werkstoffprüfungen sind in erster Linie die experimentell ermittelten Werte von Bedeutung. Die rechnerische Ermittlung dient einer Charakterisierung im Vorfeld und hilft beim Prozessentwurf.

3.4 Charakterisierung des Epoxidharzes Huntsman LY564 / Aradur 22962

Bei Huntsman Araldite LY564 / Aradur 22962 handelt es sich um ein schnell härtpbares RTM-Harz, welches zudem einen sehr breiten nutzbaren Temperaturbereich aufweist. Dies ermöglicht einen zweistufigen Aushärteprozess mit einer Voraushärtung bei niedrigen Temperaturen. Die Arbeiten am Laminarflügeldemonstrator haben gezeigt, dass ein solcher Prozess den Bauteilverzug deutlich reduzieren kann.

3.4.1 Zusammensetzung von LY564/Aradur 22962

Bei Huntsman Araldite LY 564 handelt es sich um ein auf Bisphenol-A-Epichlorhydrinharzen basierendes Epoxidharz mit 1,4-Butandiol-diglycidylether als Reaktivverdünner [72].

Durch Mischen von Bisphenol-A mit Epichlorhydrin wird unter Zugabe von Natriumhydroxid Bisphenol-A-Diglycidylether hergestellt. Das Mischungsverhältnis von Bisphenol-A und Epichlorhydrin entscheidet dabei über die mittlere resultierende Moleküllänge des Reaktionsproduktes [11, 73]. Die folgende Strukturformel zeigt, dass Bisphenol-A-Diglycidylether an beiden Enden je einen charakteristischen Epoxid-Dreiring besitzt.

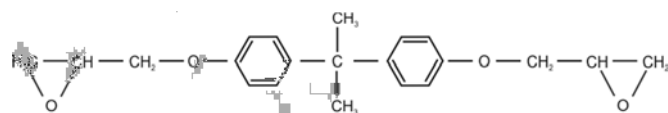


Abbildung 3.15: Strukturformel von Bisphenol-A-Diglycidylether

Ein einzelnes Bisphenol-A-Diglycidylether-Molekül hat ein Molekulargewicht von 340. Das im Datenblatt angegebene durchschnittliche Molekulargewicht von unter 700 deutet darauf hin, dass die Harzkomponente selbst einen niedrigen Polymerisationsgrad besitzt [74]. Dies wirkt sich positiv auf die Viskosität und damit auf das Durchtränkungsverhalten aus. Die folgende Abbildung zeigt die Kettenbildung innerhalb der Harzkomponente.

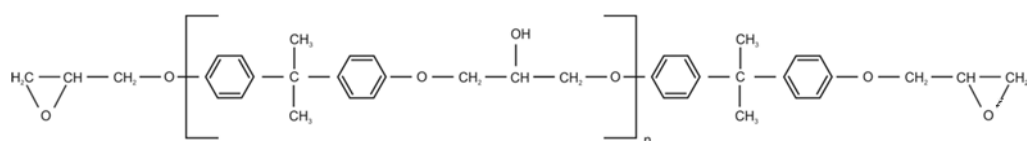


Abbildung 3.16: Erweiterte Strukturformel von Bisphenol-A-Diglycidylether

Neben dem auf Bisphenol-A basierenden Epoxid enthält Araldite LY 564 zusätzlich noch 14-22 % 1,4-Butandiol-diglycidylether als Reaktivverdünner. Dieser erhöht zum einen die Reaktivität und senkt zum anderen die Viskosität. Das ermöglicht den Einsatz von LY564 in RTM-Prozessen mit hohen Taktraten, wie sie zum Beispiel in der Automobilindustrie gewünscht sind. Ein Nachteil der Nutzung dieses Reaktivverdünners ist die Minderung der thermischen und chemischen Beständigkeit und der mechanischen Leistungsfähigkeit [75, 76]. Die folgende Strukturformel zeigt, dass auch dieser Reaktivverdünner an beiden Enden jeweils einen Epoxid-Dreiring aufweist.

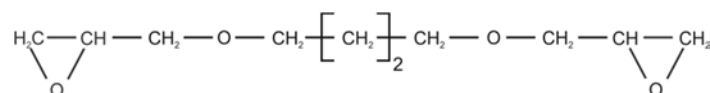


Abbildung 3.17: Strukturformel des Reaktivverdünners 1,4-Butandiol-diglycidylether

Der Verdünner kann also bei der Aushärtereaktion vollständig in das entstehende Netzwerk eingebunden werden. Wie den Strukturformeln entnommen werden kann, sind beide Bestandteile der Harzkomponente difunktional.

Als Härterkomponente wird für alle hier beschriebenen Versuchsreihen Aradur 22962 benutzt. Dabei handelt es sich um Isophorondiamin, dessen Strukturformel in der folgenden Abbildung dargestellt ist [77, 78].

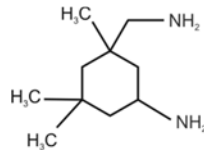


Abbildung 3.18: Strukturformel von Isophorondiamin

Die primären Aminogruppen des Isophorondiamins lagern sich an die Epoxidgruppen der beiden Harzkomponenten an. Dabei entstehen eine Hydroxylgruppe und eine verbleibende sekundäre Aminogruppe. Diese sekundäre Gruppe kann mit einer zusätzlichen Epoxidgruppe unter Bildung einer weiteren Hydroxylgruppe reagieren [79]. Das bedeutet, Isophorondiamin kann über seine Aminogruppen direkte Verbindungen zu insgesamt vier Harzmolekülen eingehen und ist deshalb tetrafunktional [32]. Beim vorliegenden Harzsystem ermöglicht erst diese Eigenschaft die Ausbildung eines dreidimensionalen Netzwerks während der Aushärtung. Die primären Aminogruppen reagieren dabei schneller als die sekundären Gruppen. Zusammen mit den difunktionalen Harzmolekülen führt das dazu, dass zu Beginn der Aushärtung die Kettenbildung überwiegt, erst die sekundären Aminogruppen führen mit Verzögerung zu einer Quervernetzung.

3.4.2 Gesamtenthalpie von LY564 / Aradur 22962

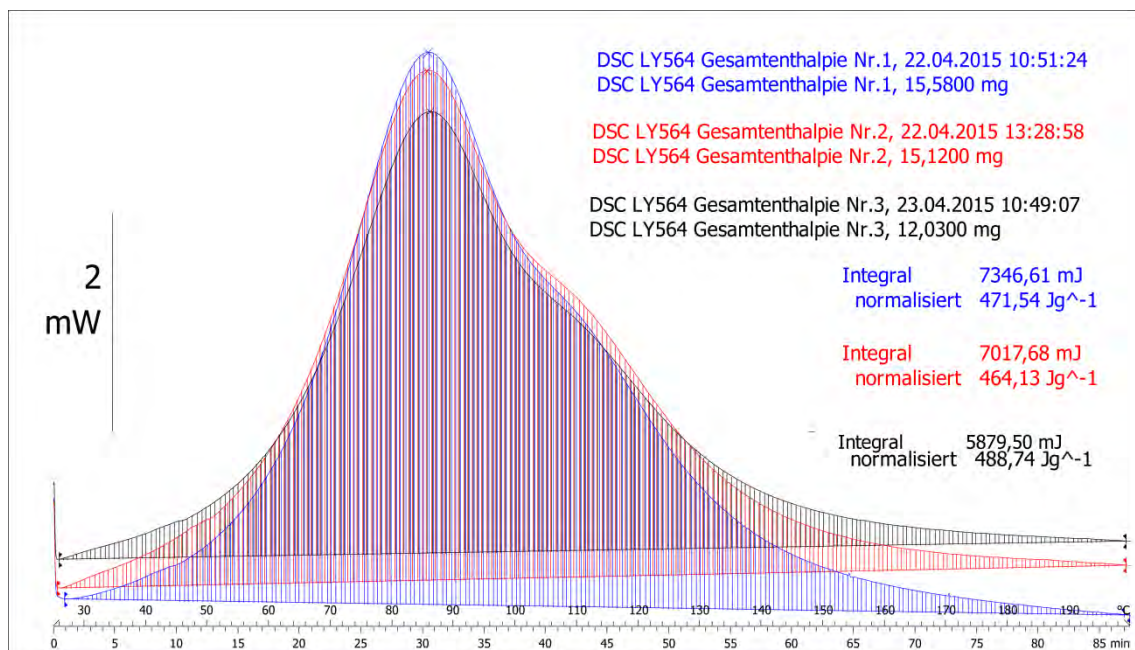


Abbildung 3.19: DSC-Analyse zur Reaktionsenthalpie von Huntsman LY564 / Aradur 22962

Die obige Abbildung zeigt das Ergebnis einer DSC-Messung zur Gesamtenthalpiebestimmung. Die Messungen wurden mit einer Heizrate von 2 K/min durchgeführt.

| Messung | Gesamtenthalpie ΔH_{ges} [$\frac{J}{g}$] |
|--------------------------------------|--|
| DSC LY564_22962 Gesamtenthalpie Nr 1 | 470,77 |
| DSC LY564_22962 Gesamtenthalpie Nr 2 | 461,77 |
| DSC LY564_22962 Gesamtenthalpie Nr 3 | 488,02 |
| Mittelwert | 473,52 |
| Standardabweichung | 10,89 |

Tabelle 3.5: Bestimmung der gesamten Reaktionsenthalpie von Huntsman LY564 / Aradur 22962

Die Reaktionsenthalpie von Huntsman LY564 / Aradur 22962 beträgt nach dieser Messreihe $473,52 \text{ J/g} \pm 10,89 \text{ J/g}$. Hein [28] hat für dieses System eine Gesamtenthalpie von $471,72 \text{ J/g} \pm 20,41 \text{ J/g}$ bestimmt und dabei einen Einfluss der Heizrate zwischen zwei und vier Kelvin pro Minute auf das Ergebnis ausgeschlossen.

3.4.3 Verknüpfung von Aushärtegrad und Glasübergangstemperatur bei LY564 / Aradur 22962

Abbildung 3.20 zeigt eine Sammlung aller im Laufe dieser Arbeit durchgeführten DSC-Untersuchungen zum Aushärtezustand des Epoxidharzes LY564 / Aradur 22962. Zusätzlich zu den vorliegenden Messwerten werden die von Hein [28] ermittelten Werte eingefügt. Diese sind vergleichbar, da sie parallel im selben Labor und auf denselben Messgeräten erzeugt wurden. Die Abbildung zeigt, dass ein Teil der Messwerte gut mit dem Verlauf der Di-Benedetto-Kurve korreliert. Hierbei handelt es sich um die Messungen, bei denen auch die Voraushärtung in der Prüfmaschine stattgefunden hat. Das bedeutet, diese Harzproben haben den Prüftiegel zu keiner Zeit verlassen. Bei den Messpunkten die abseits der Fittingkurve liegen handelt es sich dagegen um Reinharzproben, die zur Zustandskontrolle aus Prüfkörpern entnommen wurden. Die Voraushärtung hat hier unter weniger gut kontrollierten Bedingungen in einem wassertemperierten Werkzeug oder im Autoklaven stattgefunden und die DSC-Messung wurde nicht zwangsläufig direkt im Anschluss daran durchgeführt. Besonders im Bereich von $T_g \sim 70 \text{ }^\circ\text{C}$ ergeben diese Messungen eine zu geringe Restenthalpie und damit einen zu hohen Aushärtegrad.

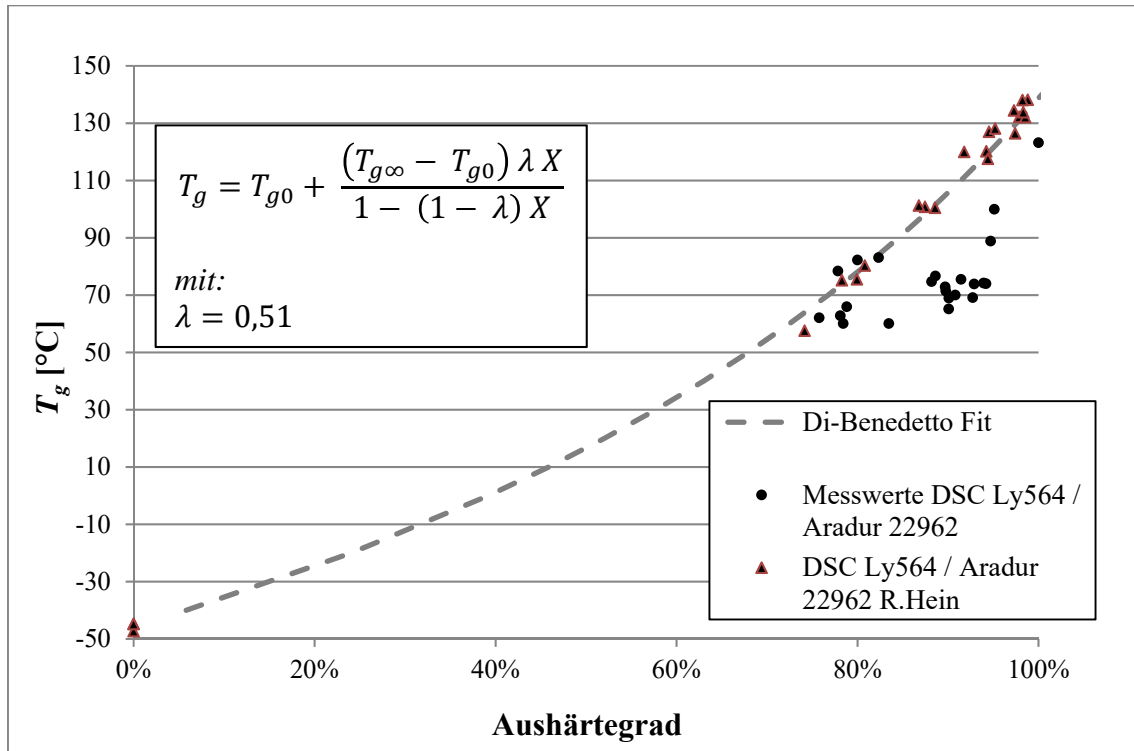


Abbildung 3.20: Gesammelte DSC-Messwerte zum Zusammenhang von X und T_g für LY564 / Aradur 22962, zusammengeführt mit den von R. Hein [28] ermittelten Werten.

Die Messpunkte in diesem Bereich besitzen eine im Mittel um ca. 47 J/g zu geringe Restenthalpie. Zum Vergleich dazu liegt die bei der Bestimmung der Gesamtenthalpie von LY564 / Aradur 22962 ermittelte Standardabweichung bei 10,9 J/g. Bei Hein [28] beträgt diese Standardabweichung 20,4 J/g. Ausgehend von der Tatsache, dass Glasübergangstemperatur und Aushärtegrad eindeutig miteinander verknüpft sind [19], ist diese Verschiebung deutlich größer als es die Streuung des Messverfahrens erwarten lässt.

Gegen ein harzspezifisches Phänomen spricht, dass eine ähnliche Verschiebung auch bei den für Hexcel RTM6 1K ermittelten Werten in Abbildung 3.12 zu erkennen ist.

Ein Grund für die teils starke Abweichung der gemessenen Enthalpie vom erwarteten Wert kann die Wärmeleitung zwischen Probenmaterial und Tiegel sein. Eine flüssig eingefüllte Probe liegt flächig an der Behälterwand an, wohingegen ein Bruchstück einer teilausgehärteten Probe nur über wenige Punkte Kontakt zur Tiegelwand hat. Des Weiteren können Nebenreaktionen auftreten, die sowohl Energie aufnehmen als auch abgeben. Diese haben zwar keinen Einfluss auf die Gesamtenthalpie, bei einem mehrstufigen Prozess können sie aber das Verhältnis der Teilprozessenthalpien verschieben. Die Aufnahme von Feuchtigkeit durch den Probenwerkstoff zwischen dem ersten Aushärteschritt und der DSC-Analyse ist ein weiterer Grund für die Abweichung, der zu diesem Zeitpunkt nicht ausgeschlossen werden kann.

3.4.4 Verglasungszeit von LY564 / Aradur 22962

Die temperaturabhängige Verglasungszeit wird benötigt, um den Voraushärteprozess so einstellen zu können, dass mit dem Aushärtezustand das in Abbildung 3.4 markierte Fenster erreicht wird. Das folgende Diagramm zeigt den anhand von Stichproben ermittelten Verlauf der Verglasungszeit über der Härtungstemperatur.

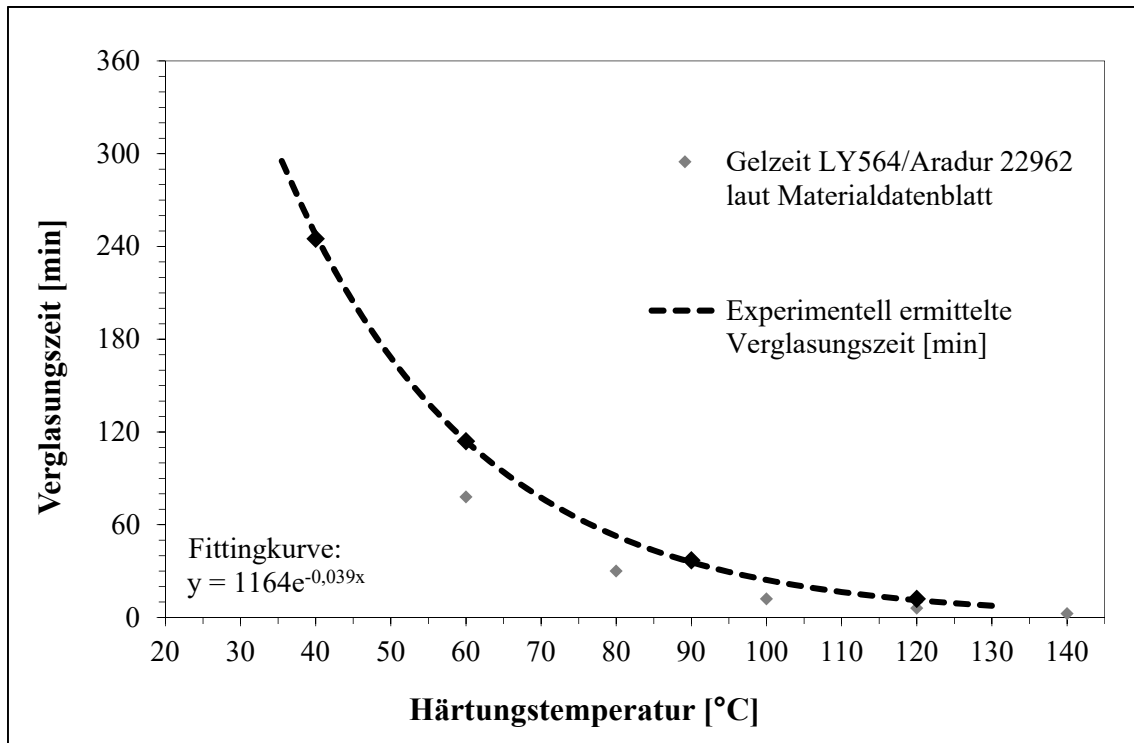


Abbildung 3.21: Verglasung von LY564 / Aradur 22962 bei isothermer Aushärtung

Der angestrebte Bereich liegt direkt über der Glasübergangstemperatur am Gelpunkt. Diese beträgt nach Tabelle 2.1 60,2 °C. Das bedeutet, dass ein Aushärteprozess deutlich unter 60 °C nicht sinnvoll ist. Hier bestünde die Gefahr, einen glasartigen, ungelierten Harzzustand einzustellen. Aus dem vorliegenden Diagramm ergibt sich bei einer Aushärtetemperatur von 60 °C eine Prozesszeit für die Voraushärtung von 85 – 115 Minuten. Die Tatsache, dass die Aushärtung auch während des Abkühlens noch voranschreitet spricht dafür, sich an der unteren Grenze zu orientieren. Für die Verarbeitung dieses Harzsystems in einem isothermen Voraushärteprozess wird daher eine Haltephase von 90 Minuten empfohlen. Die Gestaltung der Voraushärtung als isothermen Prozess reduziert den Aufwand. Wird der Weg über das ungelierete Glas hin zum gelierten glasartigen Zustand gewählt, so bietet sich die Nutzung von Sensorik zur Aushärteüberwachung an.

3.4.5 Der Gelpunkt von LY564 / Aradur 22962

Bei LY 564 / Aradur 22962 sind beide Harzbestandteile difunktional und die Härterkomponente ist tetraunktional. Geht man von einem stöchiometrischen Mischungsverhältnis von Harz und Härter aus, so ergibt sich aus den Gleichungen 2.1 und 2.2 mit:

$$f_1 = 2$$

$$f_2 = 4$$

$$B = 1$$

$$X_{1gel} = \sqrt{\frac{1}{(2-1)(4-1)}} = 0,577 \quad 3.7$$

Das bedeutet, dass zu dem Zeitpunkt an dem das Harz geliert, also das Molekulargewicht unendlich groß wird, 58 % der Harzkomponente umgesetzt sind.

Die mit diesem Aushärtegrad verknüpfte Glasübergangstemperatur kann nach der Gleichung 2.7 berechnet werden. Für die benötigten Glasübergangstemperaturen werden die von Hein [28] ermittelten Werte herangezogen.

mit:

$$X_{gel LY564} = 0,58$$

$$T_{g0 LY564} = -45,62 \text{ °C}$$

$$T_{g\infty LY564} = 135,28 \text{ °C}$$

$$\lambda = 0,51$$

$$T_{g gel LY564} = -45,62 \text{ °C} + \frac{(135,28 \text{ °C} - (-45,62 \text{ °C})) 0,51 * 0,58}{1 - (1 - 0,51) 0,58} \quad 3.8$$

$$T_{g gel LY564} = 30 \text{ °C}$$

Auch hier liegen die rechnerisch ermittelten Werte zum Gelpunkt deutlich unter den experimentell ermittelten Werten aus Tabelle 2.1. Die Berechnung gibt die Glasübergangstemperatur aus, ab welcher mit hoher Wahrscheinlichkeit auf Basis der Funktionalitäten der Komponenten ein unendlich großes Netzwerk vorliegt. Die Art wie dieses Netzwerk ausgebildet ist und in wie weit es in der Lage ist Scherkräfte zu übertragen, spielt dabei allerdings keine Rolle. Besonders für die Untersuchung der prozessinduzierten Spannungen, wie sie in Kapitel 6 durchgeführt wird, ist der mittels Rheologie ermittelte Gelpunkt relevanter als der berechnete. Im Experiment wird direkt erfasst, wann Kräfte durch das Harz übertragen werden können. Dies ist gleichzeitig der Zeitpunkt, ab dem Spannungen im Laminat aufgebaut werden können [29].

3.5 Zusammenfassung

Auf Grundlage des Ablaufdiagramms des Korrekturprozesses wurden die notwendigen Fähigkeiten und die Verknüpfungen der Systeme untereinander identifiziert. Für die Aushärtegrad- und Geometrieerfassung sowie für das Aufbringen der Verformung im Temperprozess existieren Lösungsvorschläge, die im weiteren Verlauf der Arbeit entweder noch näher untersucht oder angewandt werden. Mit Huntsman LY564 / Aradur 22962 und Hexcel RTM6 1K wurden zwei Harzsysteme auf ihre Eignung für den zweistufigen Aushärteprozess untersucht und für beide wurde ein Vorschlag für den Voraushärteprozess abgeleitet. Alle für die Geometriekorrektur notwendigen Elemente sind vorhanden und es wäre möglich, für ein konkretes Bauteil aus einem der beiden Matrixwerkstoffe einen Verformungsprozess zu entwickeln. Dabei ist jedoch noch unklar auf welchen Mechanismen die Verformung beruht und welchen Einfluss diese auf die Materialeigenschaften hat. Dies wird in den folgenden Kapiteln näher untersucht.

4. Materialverhalten beim Überschreiten der Glasübergangstemperatur

Das Ziel dieses Kapitels ist die qualitative Betrachtung des Materialverhaltens bei einer aufgebrachten Verformung oberhalb der im aktuellen Temperzustand vorliegenden Glasübergangstemperatur. Insbesondere die Detektierbarkeit des Erweichens der Matrix und aus der Verformung resultierende Schädigungen des Laminats stehen hier im Fokus. Dafür werden zwei Schritte durchgeführt. Im ersten Schritt wird das Verhalten des reinen, teilausgehärteten Matrixwerkstoffes in einer dynamisch – mechanischen Analyse (DMA) unter ansteigender Temperatur analysiert. Im zweiten Schritt werden dann glasfaserverstärkte Proben desselben Matrixwerkstoffes in Biegeversuchen oberhalb der vorliegenden Glasübergangstemperatur untersucht, um die Verformungs- und Schädigungsmechanismen besser zu verstehen. Darüber hinaus werden aus den Biegeversuchen Werte zur maximal erzielbaren Verformung in Abhängigkeit vom Laminataufbau abgeleitet.

4.1 Experimentelle Untersuchung des Verhaltens der Matrix beim Überschreiten der Glasübergangstemperatur

Die grundlegende Voraussetzung für die aktive Geometriebeeinflussung teilvernetzter Faserverbundkomponenten auf Epoxidharzbasis ist das Erweichen der Matrix beim Überschreiten der aktuell vorliegenden Glasübergangstemperatur im Temperprozess. Im folgenden Abschnitt wird im Rahmen einer dynamisch-mechanischen Analyse das Materialverhalten veranschaulicht und die Detektierbarkeit des Erweichens mithilfe der dielektrischen Analyse überprüft. Aus den Ergebnissen dieser Versuche wird ein Startkriterium hinsichtlich der Umformbarkeit für den Korrekturprozess abgeleitet.

4.1.1 Versuchsaufbau und –durchführung einer dynamisch-mechanischen Analyse an Reinharzproben mit paralleler dielektrischer Analyse

Die DMA-Versuche dienen der Erfassung des Verlaufes des E-Moduls bei Überschreitung der Glasübergangstemperatur und zum Nachweis, dass mit dem DEA-Gerät Gelnorm PDE-1 [63] der Abfall des E-Moduls genügend genau erfasst werden kann. Die Grundlagen zur dynamisch-mechanischen Analyse von Duromeren wurden von Ehrenstein [32] S. 42 zusammengefasst. Das Vorgehen und der Aufbau orientieren sich an ISO 6721-11. Da erwartet wird, dass das Probenmaterial vollständig erweicht, wird als Messanordnung der Dreipunktbiegeversuch gewählt. Hier wird keine klassische Einspannung benötigt, aus der sich der Probenkörper beim Erweichen lösen könnte. Nachteilig ist, dass für den Stempel eine Rückstellkraft notwendig ist. Das bedeutet, dass die Messwerte nahe an der aktuellen Glasübergangstemperatur quantitativ nicht nutzbar sind.

Die Versuchsreihe wird mit dem Epoxidharz LY564 / Aradur 22962 durchgeführt. Aus diesem wird in einem wassertemperierten Werkzeug eine Platte gegossen und für 25 Minuten bei 90 °C vorausgehärtet. Die später benötigten DEA-Foliensensoren werden dabei miteingegossen. Um Unterschiede des Aushärtezustandes zwischen den Biegeproben zu vermeiden, werden alle Prüfkörper aus dieser Platte gefräst. Insgesamt werden vier Proben hergestellt, wobei die erste zur

Einrichtung der Maschine und zum Test des Versuchsaufbaus genutzt wird. Die folgende Tabelle enthält die Bezeichnung der Proben und den Aushärtezustand, der im Zuge der DMA-Untersuchung bestimmt wurde.

| Probe | | Glasübergangs- temperatur T_g | Aushärtegrad X nach Di - Benedetto mit $\lambda = 0,51$ |
|-------------------------------|------------------|---------------------------------------|--|
| DMA LY564 teilausgeh. Nr.1 | Test ohne DEA | - | |
| DMA LY564 teilausgeh. Nr.2 | mit DEA | 62,8 °C | 73,7 % |
| DMA LY564 teilausgeh. Nr.3 | mit DEA | 63,1 °C | 73,8 % |
| DMA LY564 teilausgeh. Nr.4 | mit DEA | 63,4 °C | 74,0 % |

Tabelle 4.1: Im Zuge der DMA-Analyse ermittelte Glasübergangstemperaturen des teilausgehärteten Probenmaterials mit errechnetem Aushärtegrad

Die Messdaten der dynamisch-mechanischen Analyse einschließlich der Bestimmung der Glasübergangstemperaturen sind in Anhang B zu finden.

Als Prüfmaschine wird ein Mettler Toledo SDTA861e genutzt. Tabelle 4.2 können die Probengeometrie und die Grundeinstellungen zu den Versuchen entnommen werden.

| | |
|-------------------|-----------------------------------|
| Probengeometrie | 60 mm * 10 mm * 2,3 mm (L*B*H) |
| Auflagerabstand | 50 mm |
| Aufheizrate | 3 K / min |
| Temperaturbereich | -30 °C – 100 °C |
| Anregungsfrequenz | 1 Hz |
| Auslenkung | 0,02 mm |

Tabelle 4.2: Grundeinstellungen der DMA-Untersuchung

Die relativ hohe Aufheizrate von 3 K / min wird gewählt, um ein Nachvernetzen der Proben während des Versuches so weit wie möglich zu unterbinden. Darüber hinaus handelt es sich um eine Heizrate, die für größere Verbundbauteile später auch mit Laboröfen oder Autoklaven noch dargestellt werden kann. Der Temperaturbereich bis 100 °C stellt sicher, dass die aktuell vorliegende Glasübergangstemperatur im Versuch überschritten wird. Die Frequenz von 1 Hz ist ausreichend, da hier von einem relativ trägen, stetigen Abfall der Materialeigenschaften ausgegangen wird. Deutlich höhere Frequenzen sind auch mit Blick auf das Gesamtziel, die Umformung größerer Faserverbundkomponenten, nicht relevant.

Um die Messergebnisse der mechanischen Analyse durch den Foliensensor der dielektrischen Analyse nicht zu beeinflussen, wird mit zwei Harzprobekörpern pro Versuch gearbeitet. Die folgende Abbildung zeigt den kompletten Versuchsaufbau in der geöffneten Prüfmachine.

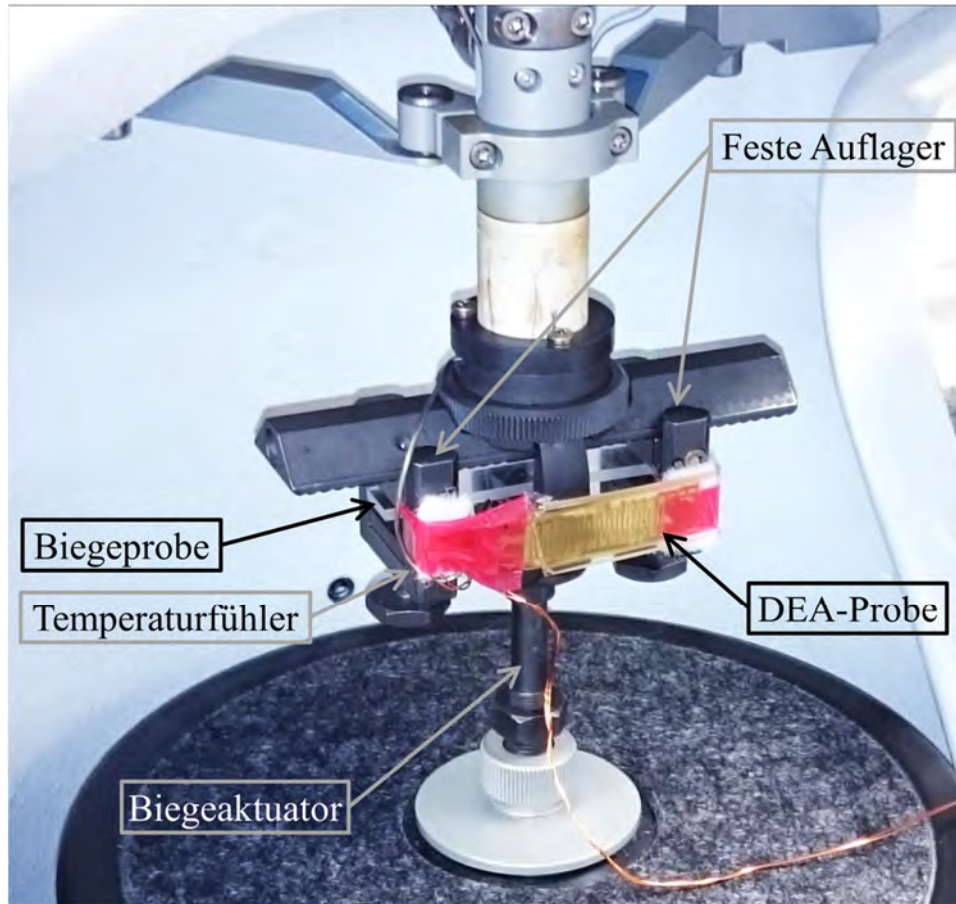


Abbildung 4.1: Versuchsaufbau zur DMA-Untersuchung mit paralleler dielektrischer Analyse

Die DEA-Probe wird durch Vliespads thermisch isoliert an den beiden festen Auflagern der Biegevorrichtung neben der eigentlichen Biegeprobe fixiert. Die Befestigung der DEA-Probe und die Durchführung der Messleitungen nach außen erfolgen so, dass der Biegeaktuator nicht berührt wird.

4.1.2 Ergebnisse der dynamisch - mechanischen Analyse

In Ergänzung zu den Grundlagen der DMA-Untersuchung bei Ehrenstein [32] S. 42 wird die Auswertung und Interpretation der Daten von Widmann et al. [80] detaillierter beschrieben. Der folgende Absatz legt die für die durchgeführte Versuchsreihe relevanten Zusammenhänge dar.

Neben der Temperatur werden als Messdaten die Verläufe der Prüfkraft F , der Auslenkung L und die Phasenverschiebung δ zwischen diesen beiden Größen aufgezeichnet. Mithilfe des individuellen Geometriefaktors g , der sich aus der Geometrie der einzelnen Proben ergibt und auf den Messprotokollen im Anhang B angegeben ist, lässt sich der komplexe Elastizitätsmodul berechnen.

$$|E^*| = \frac{F}{L} g \quad 4.1$$

Daraus können der Speichermodul E' und der Verlustmodul E'' abgeleitet werden.

$$E' = |E^*| \cos \delta \quad 4.2$$

$$E'' = |E^*| \sin \delta \quad 4.3$$

Die mechanische Dämpfung $\tan \delta$ beschreibt das Verhältnis der beiden Moduln.

$$\tan \delta = \frac{E''}{E'} \quad 4.4$$

Ein rein elastisches Verhalten, wie es vollständig ausgehärtete Epoxidharze deutlich unterhalb ihrer maximalen Glasübergangstemperatur aufweisen ist dadurch gekennzeichnet, dass keine Phasenverschiebung auftritt. Im vorliegenden Fall wird mit einem viskoelastischen Materialverhalten und damit mit einer signifikanten Phasenverschiebung gerechnet.

Die folgende Abbildung zeigt den Verlauf von Speicher- und Verlustmodul und der mechanischen Dämpfung über der auf der X-Achse aufgetragenen Probertemperatur. Man kann erkennen, dass die Kurven der drei Messungen keine signifikanten Unterschiede aufweisen.

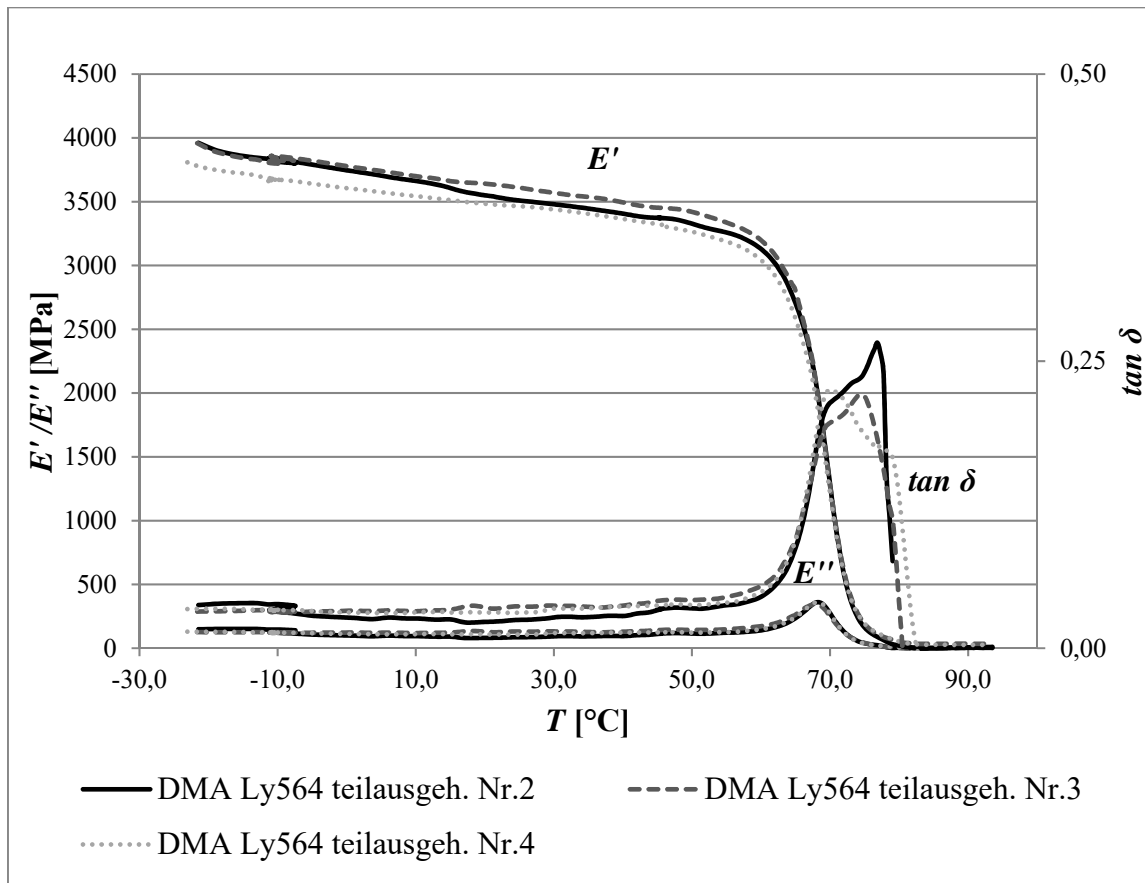


Abbildung 4.2: Verlauf der mechanischen Eigenschaften teilausgehärteter Reinharzproben beim Überschreiten der aktuellen Glasübergangstemperatur im Dreipunktbiegeversuch

Im Bereich der aktuellen Glasübergangstemperatur des Probenmaterials tritt ein sehr starker Abfall des Speichermoduls auf. Gleichzeitig nimmt der Verlustmodul zu, womit auch ein Anstieg der Phasenverschiebung auf circa zehn Grad verknüpft ist. Das bedeutet, dass mit dem Überschreiten der aktuellen Glasübergangstemperatur temporär ein viskoelastisches Materialverhalten vorliegt. Der Speichermodul fällt hier soweit, dass er mit diesem Versuchsaufbau kaum noch messbar ist. Das bedeutet, das Material wird an dieser Stelle sehr weich und damit einfach verformbar. Einen Rückschluss auf die an diesem Punkt zulässige Bruchdehnung lässt diese Untersuchung allerdings nicht zu.

Im folgenden Diagramm werden nun die parallel erfassten Daten der dielektrischen Analyse hinzugefügt. Um die Übersichtlichkeit zu wahren wird nur noch der Speichermodul betrachtet. Unterhalb der aktuellen Glasübergangstemperatur des Probenmaterials bis circa 50 °C liegt die Leitfähigkeit konstant nahe Null, während der Speichermodul linear abnimmt. Dies entspricht dem normalen Verhalten eines vollständig ausgehärteten Epoxidharzes deutlich unterhalb seiner thermischen Belastungsgrenze. Mit Erreichen der aktuellen Glasübergangstemperatur fällt der Speichermodul sehr stark ab bei einem gleichzeitigen starken Anstieg der Leitfähigkeit. Das Lösen der schwachen chemischen Bindungen durch die Energiezufuhr und die Zunahme der Beweglichkeit der schon vorhandenen, auf kovalenten Bindungen basierenden Makromoleküle [18] S. 115, bewirken einen Anstieg der Ionenmobilität und begünstigen eine Ausrichtung der polaren chemischen Gruppen im Material. Gotro und Lee [59] S. 5 zeigen den Zusammenhang zwischen den mechanischen und den dielektrischen Eigenschaften der Matrix auf Basis der jeweils zu Grunde liegenden Größen und Formeln.

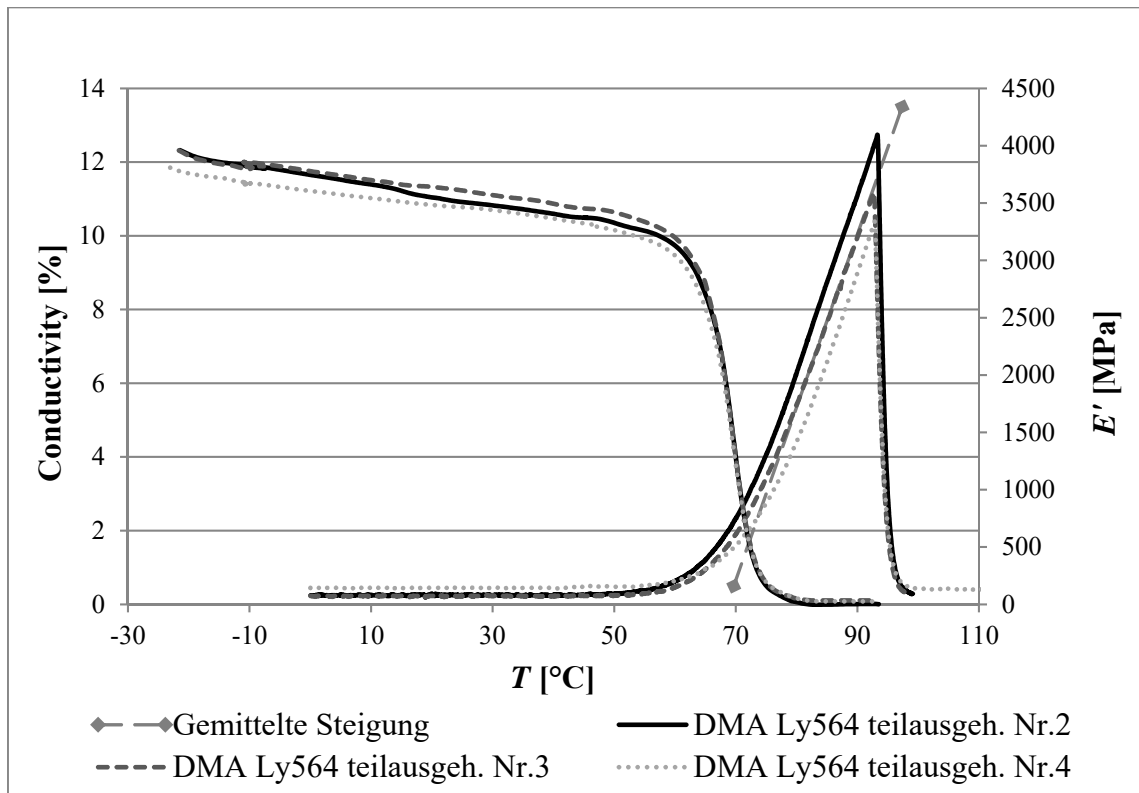


Abbildung 4.3: Dreipunktbiegeversuch an Reinharzproben unter ansteigender Temperatur mit gleichzeitiger dielektrischer Analyse

Das Diagramm zeigt, dass die dielektrische Analyse und speziell das verwendete Gerät Gelinstrumente PDE1 dazu geeignet sind, das Erweichen eines unvollständig ausgehärteten Epoxidharzes beim Überschreiten seiner aktuellen Glasübergangstemperatur zu erfassen.

Mit Blick auf die Anwendung bei der Verformung von Faserverbundkomponenten muss aus den Messdaten ein Kriterium abgeleitet werden, dass den Beginn der Umformung festlegt. Diese darf zum einen nicht zu spät beginnen, um kein Potenzial durch die fortschreitende Vernetzung zu verlieren. Zum anderen haben Versuche gezeigt, dass das Aufbringen einer Verformung auf einen noch nicht vollständig erweichten Probenkörper zu einer ungleichmäßigen Verformung und schlimmstenfalls zum Knicken führen kann. Dies ist besonders wichtig, da das übergeordnete Ziel die Geometriekorrektur größerer Faserverbundkomponenten ist, welche möglicherweise lokal unterschiedliche Voraushärtegrade und ein inhomogenes Aufheizverhalten besitzen. Die parallele Nutzung mehrerer verteilter DEA-Messstellen kann eine Lösung für dieses Problem darstellen.

Das naheliegendste Kriterium ist die Definition eines einfachen Schwellwertes für die Leitfähigkeit. Dies kann allerdings bei höheren Aushärtegraden problematisch sein, da dort der Schwellwert durch die Annäherung an $T_{g\infty}$ noch überschritten werden kann, obwohl kein Verformungspotenzial mehr vorhanden ist. Darüber hinaus müsste man diesen Absolutwert für jedes Harzsystem individuell bestimmen. Die Nutzung der Bauteiltemperatur als Kriterium zur Verformung ist in zweierlei Sicht problematisch. Zum einen muss die aktuelle Glasübergangstemperatur des Matrixwerkstoffes vor dem Temperprozess bekannt sein, zum anderen sind damit keine mehrfachen, schrittweisen Verformungen im selben Temperprozess möglich.

Als breiter anwendbares Kriterium wird deshalb der Übergang der Conductivity in den Bereich der linearen Steigung vorgeschlagen. Dabei ist zu beachten, dass die Messwerte in den hier behandelten Diagrammen über der Probertemperatur aufgetragen sind, um etwaige Schwankungen der Heizrate zu kompensieren. In Abbildung 4.3 ist als Anhaltspunkt eine errechnete Gerade eingefügt, die die mittlere Steigung von $m = 0,469$ der linearen Anteile der drei Messkurven wiedergibt. Der Steigungswert für das Startkriterium muss dabei niedriger als dieser Mittelwert angesetzt werden, um sicherzustellen, dass der Wert immer überschritten werden kann. Im Rahmen dieser Arbeit wird ein Steigungskriterium von $m = 0,4$ vorgeschlagen, ab welchem mit der Verformung des Faserverbundbauteiles begonnen werden kann. Die folgende Abbildung zeigt dieses Kriterium angewandt auf die vorliegenden Messkurven. Die Kreise markieren den Punkt, an dem die Steigung der Leitfähigkeit zum ersten Mal den Wert $m = 0,4$ überschreitet.

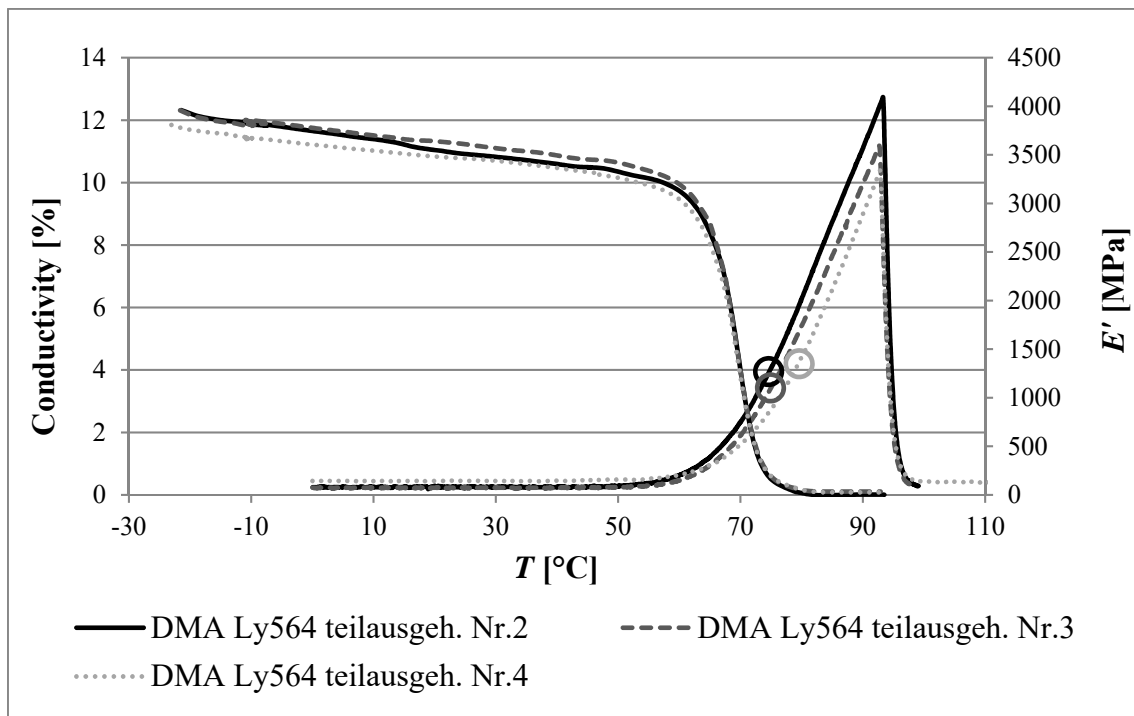


Abbildung 4.4: Anwendung des Kriteriums $m = 0,4$ auf die DMA-Messkurven

Die folgende Aufstellung beinhaltet die dazugehörigen Zahlenwerte. Im Vergleich mit den Werten aus Tabelle 4.1 erkennt man, dass die Verformung nach diesem Kriterium deutlich oberhalb der aktuellen Glasübergangstemperatur gestartet werden würde.

| $m = 0,4$ | T [°C] | Conductivity [%] |
|----------------------------|--------|------------------|
| DMA LY564 teilausgeh. Nr.2 | 74,6 | 3,95 |
| DMA LY564 teilausgeh. Nr.3 | 74,9 | 3,43 |
| DMA LY564 teilausgeh. Nr.4 | 79,6 | 4,2 |

Tabelle 4.3: Punkte, an denen die Steigung der Conductivity in den DMA-Messdaten $m = 0,4$ überschreitet

Bei der Nutzung eines Harzsystems mit grundlegend unterschiedlicher chemischer Zusammensetzung ist es empfehlenswert, diese Messreihe erneut durchzuführen. Ein größerer Probenumfang ist dann sinnvoll, wenn ein weniger konservatives Steigungskriterium definiert werden soll.

4.2 Verhalten des Laminats bei plastischer Verformung durch Biegung oberhalb der Glasübergangstemperatur

In diesem Abschnitt wird dargelegt, welche grundlegenden Mechanismen die plastische Verformung von Epoxidharzlaminaten durch Biegung ermöglichen. Darauf aufbauend werden aus zu starken Umformungen resultierende Schädigungen analysiert. Insbesondere das Verständnis der Schädigungsmechanismen ist notwendig, um im darauffolgenden Schritt die Grenzen des Umformprozesses ableiten zu können.

4.2.1 Mechanismen zur plastischen Verformung des Laminats durch Biegung oberhalb der Glasübergangstemperatur

Bei herkömmlichen Verstärkungsmaterialien wie Glas- oder Kohlenstofffasern treten keine signifikanten Änderungen der mechanischen Eigenschaften im für die Aushärtung von Epoxidharzen üblicherweise genutzten Temperaturbereich auf. Darüber hinaus besitzen diese Fasern eine sehr hohe Steifigkeit im Vergleich zum Matrixwerkstoff, insbesondere oberhalb seiner aktuellen Glasübergangstemperatur. Das bedeutet, dass die Fasern im Umformprozess keine plastische Verformung erfahren können. Ihre Lage und ihre Ausrichtung im Werkstoff können sich durch das Erweichen der Einbettung aber ändern. Dies kann sowohl in der Laminebene als auch senkrecht dazu geschehen. Plastische Verformungen oberhalb der Glasübergangstemperatur werden also durch die matrixdominierten Eigenschaften eines Laminates ermöglicht.



Abbildung 4.5: Verschiebung der Einzelschichten des Laminats unter Biegung

Die obige Abbildung zeigt die Verschiebung der einzelnen Faserlagen des Laminats relativ zueinander infolge der aus der aufgebrachtten Biegeverformung resultierenden Schubkräfte. Ein Abbau der Schubspannungen auf diese Art und damit eine plastische Verformung sind nur möglich, wenn der Längenausgleich an den Rändern des Laminats erfolgen kann. Das bedeutet auch, dass die Bauteilgeometrie dort negativ beeinflusst wird. Eine feste Einspannung der Ränder

oder ein großer Abstand zwischen Verformungsbereich und Bauteilrand unterbinden eine plastische Verformung. Neben der Verschiebung der Fasern in der Laminebene kann auch eine Verschiebung senkrecht dazu auftreten.

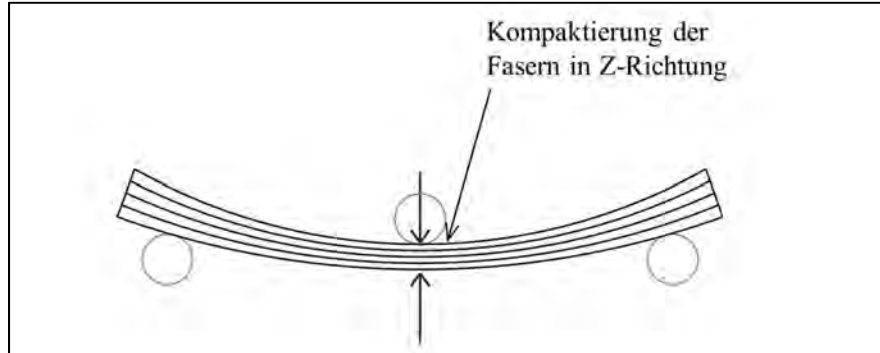


Abbildung 4.6: Kompaktierung des Faseranteils des Laminats in Dickenrichtung unter Biegung

Der Faseranteil wird kompaktiert und verdrängt das Matrixmaterial. Das Laminat wird im Bereich der Biegung nicht dünner, da sich das vorhandene Materialvolumen nicht ändert. Die so erzielbaren Verschiebungen und damit die Biegeverformungen sind sehr klein, da bei vorhandenen 0° -Fasern auf der Druckseite sehr früh ein Beulen einsetzt.

Ein weiterer Mechanismus, der eine plastische Verformung erlaubt, ist die Parallelverschiebung der Fasern in der Laminebene. Abbildung 4.7 zeigt dies am Beispiel einer Laminatschicht mit einer Faserorientierung von $45^\circ/135^\circ$. Mit der Verformung in Längsrichtung sind sowohl eine Änderung der Faserwinkel als auch der Breite gekoppelt. Dies schließt eine Nutzung zur Geometriekorrektur durch Verformung in der Laminebene aus. Hinzu kommt, dass in der Praxis kaum reine bidiagonale Lagenaufbauten genutzt werden.

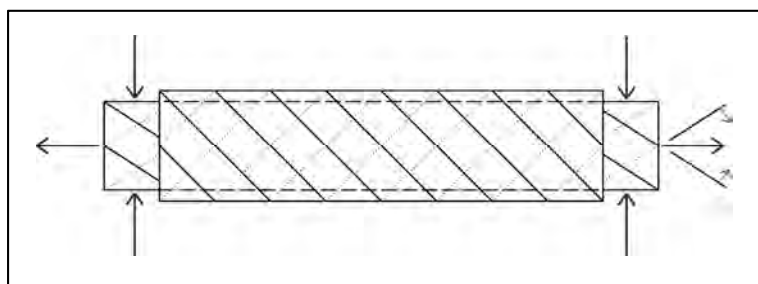


Abbildung 4.7: Verformung einer $45^\circ/135^\circ$ - Laminatschicht in der Ebene

Bei der für die Geometriekorrektur im Temperprozess präferierten Verformung durch Biegung kann dieser Mechanismus jedoch auch eine Rolle spielen. In der folgenden Abbildung ist der Schnitt durch eine Biegeprobe skizziert, die einen hohen Anteil bidiagonal ausgerichteter Fasern besitzt.

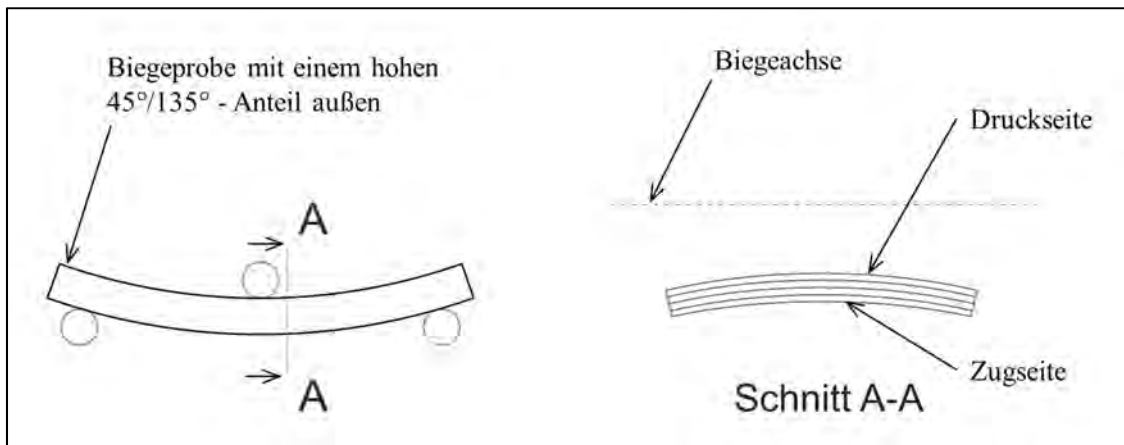


Abbildung 4.8: Verformungsbild einer Biegeprobe mit hohem 45°/135°-Anteil

Durch die oben beschriebene Kopplung führt eine Stauchung auf der Druckseite zu Druckkräften parallel zur Biegeachse. Die Streckung bewirkt auf der Zugseite Kräfte, die auch parallel zur Biegeachse auftreten. Zusammen führen diese zu einer Krümmung des Laminats um die Längsachse, wie es im Schnitt in der Abbildung 4.8 rechts dargestellt ist.

Neben diesen drei beschriebenen Mechanismen existiert ein weiterer, welcher nur bei der Verwendung von Geweben als Verstärkungsmaterial zum Tragen kommt. Abbildung 4.9 zeigt die Skizze einer Biegeprobe, die mit 0°/90°-Gewebe verstärkt ist.

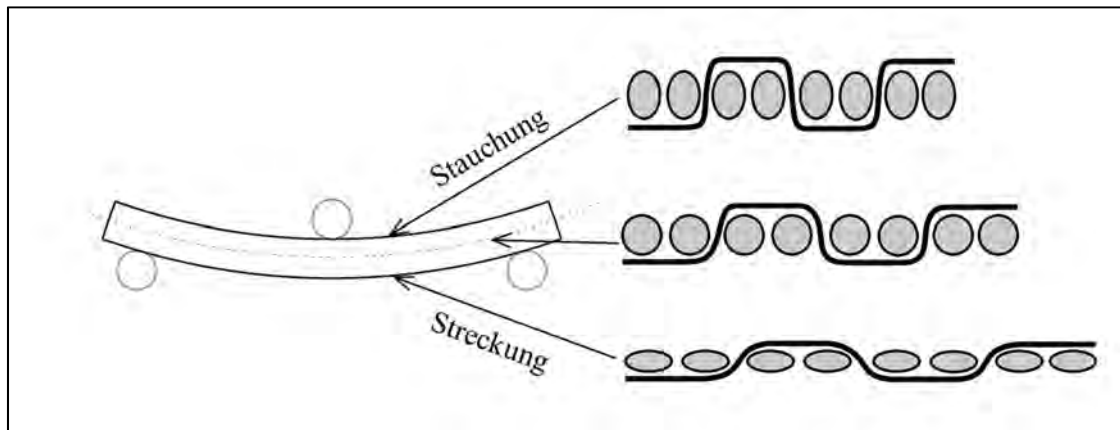


Abbildung 4.9: Streckung und Stauchung der Außenlagen einer in 0°/90°-Richtung gewebeverstärkten Biegeprobe bei der Verformung oberhalb der Glasübergangstemperatur

Das Erweichen der Matrix erlaubt eine Verschiebung der Fasern senkrecht zu ihrer Ausrichtung. Dies führt auf der Druckseite zu einer Stauchung der Rovings in 90°-Richtung und auf der Zugseite zu einer Streckung. Der dadurch geänderte Verlauf der Fasern in 0°-Richtung ermöglicht die für eine plastische Verformung durch Biegung notwendige Streckung oder Stauchung ohne eine Längenänderung der Fasern.

In der Praxis wirkt bei der plastischen Umformung eines Laminates oberhalb der Glasübergangstemperatur immer eine Kombination der genannten Mechanismen. Der jeweilige Anteil und damit auch das Verformungspotenzial sind vom Laminataufbau und vom verwendeten Halbzeug abhängig. Die Quantifizierung des Umformpotenzials in Abhängigkeit des Lagenaufbaus wird in Kapitel 4.3 beschrieben. Aus den Mechanismen kann abgeleitet werden, dass ein niedriger Faservolumenanteil ein höheres Umformpotenzial zur Folge hat. Gleichzeitig

kann ein ausschließlich in 0°-Richtung verstärktes UD-Laminat nur in sehr geringem Maße ohne Schädigung plastisch verformt werden.

4.2.2 Sichtbare Schädigungsarten bei zu starker Umformung im Temperprozess

Zur Bestimmung der bei übermäßiger Verformung im Temperprozess auftretenden, sichtbaren Schädigungsarten werden Couponproben mit den in Abbildung 4.20 gezeigten Maßen genutzt. Die Proben werden aus dem Matrixwerkstoff Huntsman LY564 / Aradur 22962 und dem Glasfasergewebe Interglas 92626 gefertigt. Sie werden auf einem ebenen Werkzeug vorausgehärtet und danach im Temperprozess in einem passiven, statischen Vierpunktbiegeaufbau umgeformt. Dies bedeutet, dass die Proben elastisch verformt in die Vorrichtung eingelegt werden. Der Abstand der Auflager wird im Temperprozess nicht mehr verändert. Die folgende Abbildung zeigt eine Skizze dieses Aufbaus.

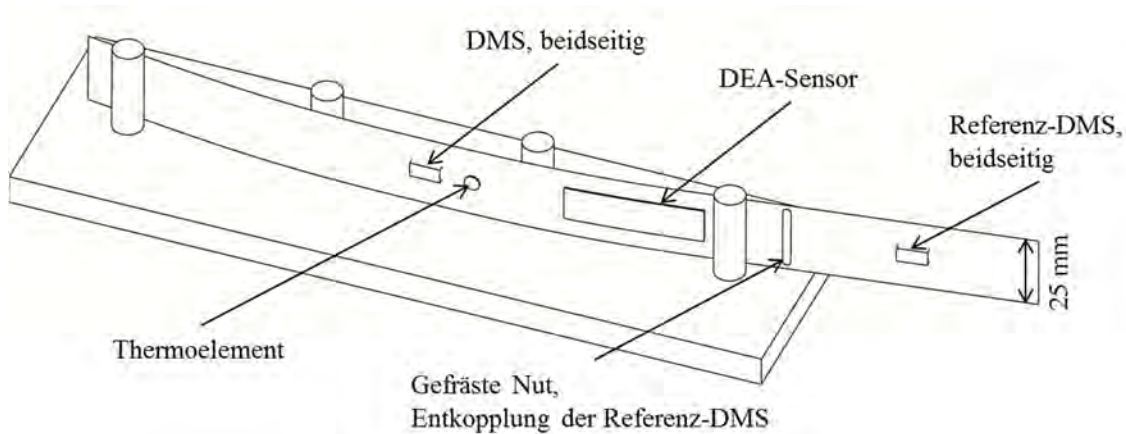


Abbildung 4.10: Statischer Vierpunktbiegeaufbau zur Verformung von Proben im Temperprozess

Um den Einfluss durch die Wärmedehnung der Vorrichtung zu minimieren, wird eine Trägerplatte für die Auflager aus quasiisotropem Kohlenstofffaserverbund benutzt. Das Ziel des Versuchsaufbaus ist das Einbringen optisch erkennbarer Schäden in das Material. Das Verständnis hinsichtlich der Schädigungsarten ist zum einen notwendig, um im darauffolgenden Arbeitsschritt die Grenzen des Umformprozesses definieren zu können. Zum anderen ergibt sich daraus die Möglichkeit, Verbundkomponenten nach der Geometriekorrektur gezielter auf Schädigungen hin zu untersuchen.

Die folgende Abbildung zeigt beispielhaft die Schädigung der Druckseite von zwei dieser Proben. Das Laminat ist vollständig aus Gewebelagen in $0^\circ/90^\circ$ -Orientierung aufgebaut.

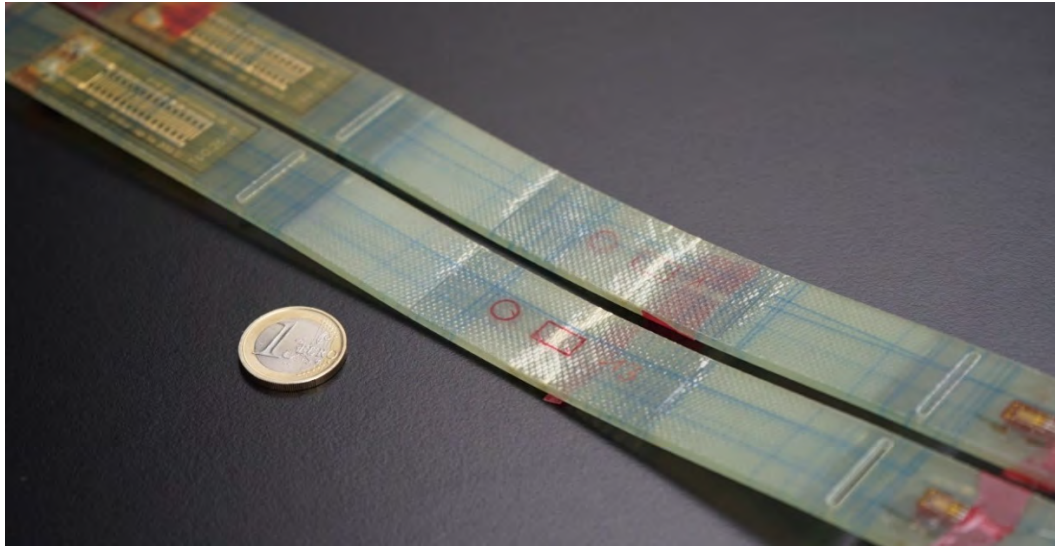


Abbildung 4.11: Blick auf die Druckseite im Temperprozess zu stark verformter Biegeproben

Man erkennt, dass sich die Deckschichten in der Mitte der Probe abgelöst und aufgefaltet haben. Eine genauere Untersuchung, insbesondere der Schadenstiefe, erfolgt mithilfe eines Schliffbildes des geschädigten Bereiches unter einem digitalen Lichtmikroskop. Abbildung 4.12 gibt einen Überblick über die Positionen der im weiteren Verlauf diskutierten Detailansichten A und B.

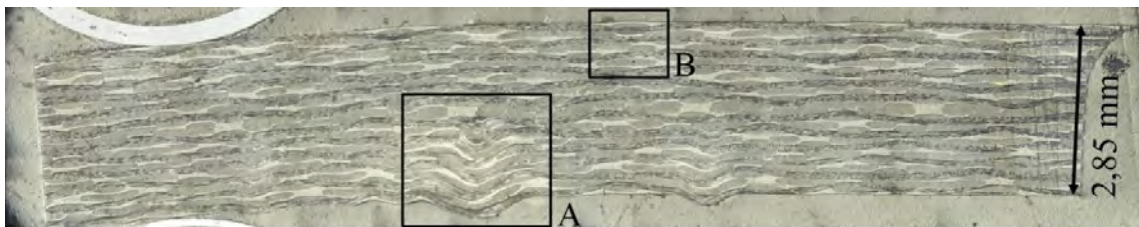


Abbildung 4.12: Schliffbild eines bei der Verformung im Temperprozess geschädigten Laminates

Ansicht A zeigt einen Schnitt des in Abbildung 4.11 gezeigten Schadensbildes. Die aus der Biegung resultierenden Druckkräfte zusammen mit den stark reduzierten mechanischen Eigenschaften des Matrixwerkstoffes oberhalb seiner Glasübergangstemperatur bewirken ein Beulen der in 0° -Richtung verlaufenden Rovings. Damit einher gehen die in der Detailansicht in Abbildung 4.13 mit Pfeilen markierten lokalen Ablösungen der Laminatschichten. Aufgrund der stark ausgelenkten Fasern als auch der teils tief im Material auftretenden Delaminationen muss ein derart umgeformtes Laminat als geschädigt angesehen werden.

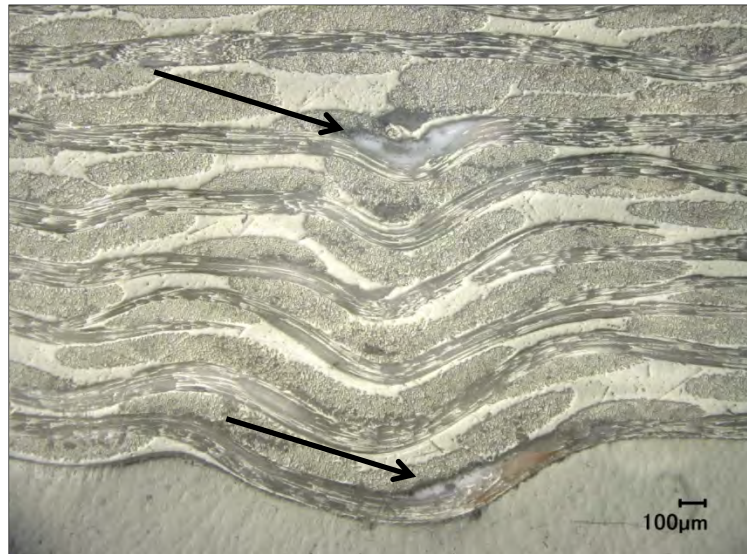


Abbildung 4.13: Detailansicht A, aufgefaltete und abgelöste Laminatschichten der Biegeprobe

Neben dem Beulen der Fasern auf der Druckseite der Biegung tritt auch auf der Zugseite eine sichtbare Beeinträchtigung des Laminates auf. Diese zeigt sich in weißen Punkten in der Mitte des biegebelasteten Bereichs der Proben. Die folgende Abbildung gibt den Blick auf die Zugseite zweier im Temperprozess zu stark verformter GFK-Proben wieder.

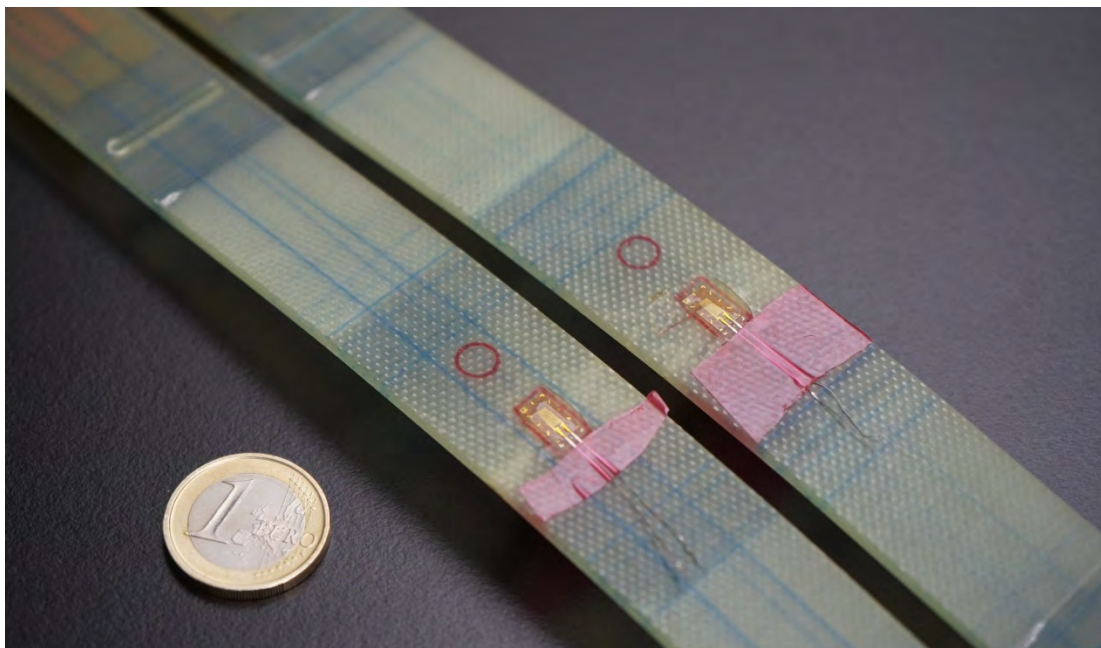


Abbildung 4.14: Blick auf die Zugseite im Temperprozess zu stark verformter Biegeproben

Die weißen Punkte spiegeln das Webmuster des Glasfasergewebes wider, ihre Intensität lässt zum Rand des biegebelasteten Bereichs nach. Abhängig von der vorliegenden Webart des Verstärkungsmaterials gibt es zwei Mechanismen, die zu diesem Schädigungsbild führen. Grundlage ist in beiden Fällen die im Rahmen der Vorstellung der Verformungsmechanismen in Abbildung 4.9 gezeigte Streckung der äußeren Gewebelage. Die folgende Detailansicht B aus Abbildung 4.12 gibt Aufschluss über eine der beiden möglichen Ursachen dieser Punkte.

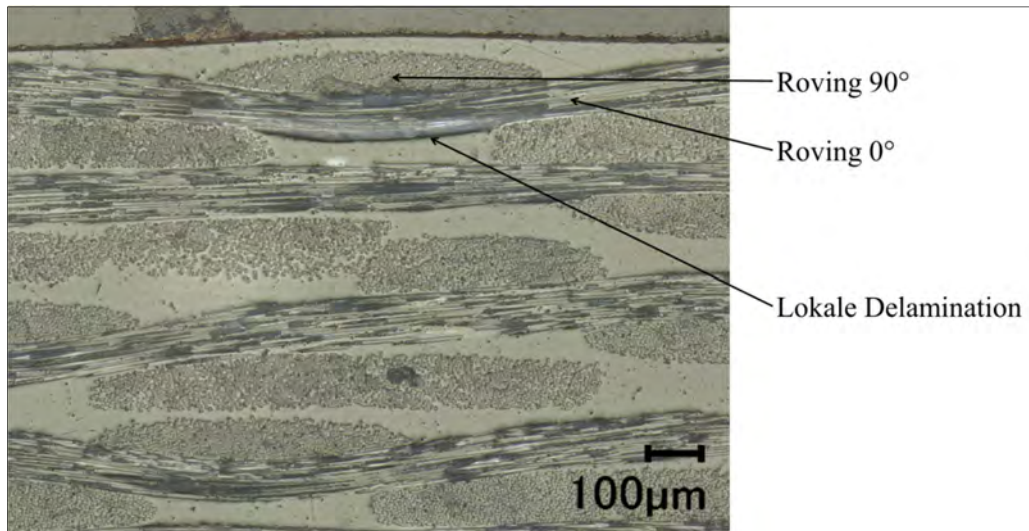


Abbildung 4.15: Detailansicht B, Anheben der Rovings bei einem hohen 0°-Anteil außen

Die Mikroskopaufnahme zeigt einen 0°-Roving auf der Zugseite der Biegeprobe, der sich auf Grund der Zugkräfte aus der Biegung und des Erweichens der Matrix lokal von der darunterliegenden Laminatschicht abgelöst hat. Diese sehr begrenzten lokalen Delaminationen werden als Punktmuster unter der Probenoberfläche sichtbar. Die folgende Skizze macht deutlich, dass dieser Schädigungsmechanismus insbesondere dann auftritt, wenn es sich um ein in sich unsymmetrisches Gewebe handelt, dessen Hauptfaseranteil außen in 0°-Richtung orientiert ist.

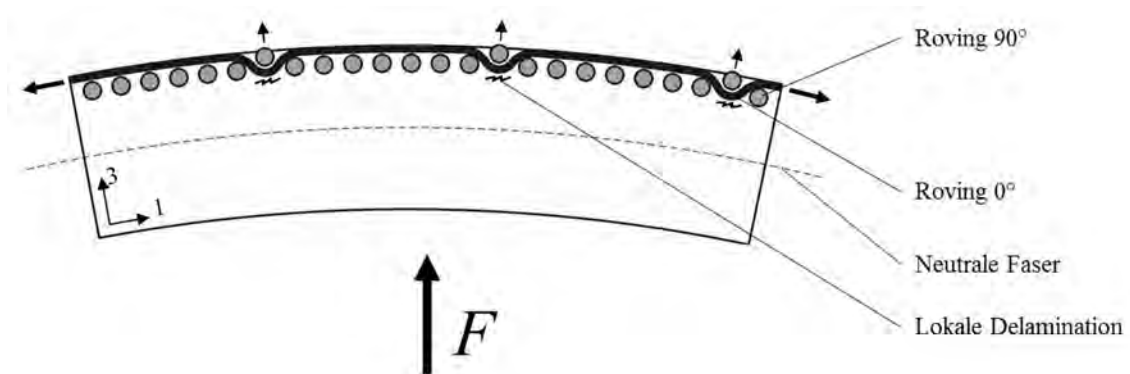


Abbildung 4.16: Skizze zur Schädigung von Biegeproben durch Anheben der Rovings bei einem hohen 0°-Anteil außen

Liegt eine Gewebedecklage vor, deren Hauptanteil außen in 90°-Richtung verläuft, so treten die Delaminationen an den Stellen auf, an denen der 0°-Roving nach außen umgelenkt wird. Die folgende Skizze zeigt diesen Schädigungsmechanismus.

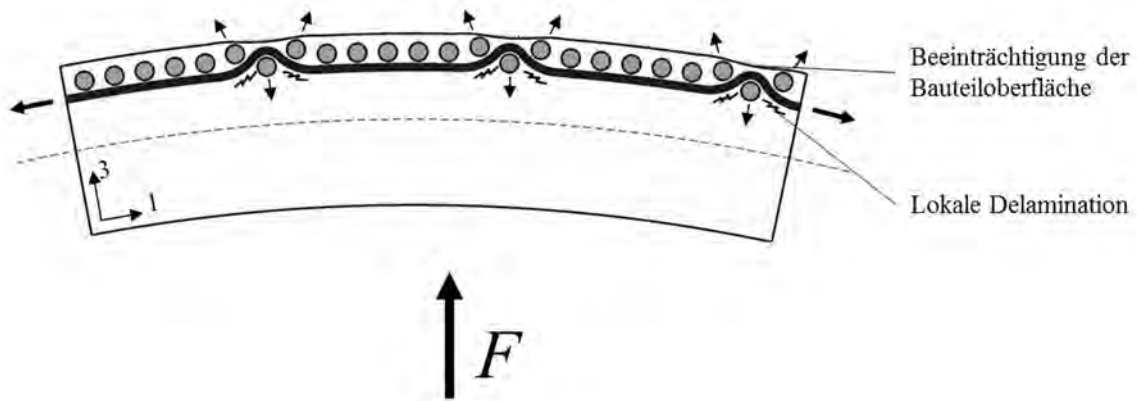


Abbildung 4.17: Skizze zur Schädigung von Biegeproben durch Anheben der Rovings bei einem hohen 90°-Anteil außen

Durch die Zugkräfte werden die 0°-Rovings gestreckt. Die darunterliegenden, rechtwinklig dazu verlaufenden Rovings werden gequetscht. Rechts und links dieser gequetschten Faserbündel hebt sich der 0°-Roving vom Laminat ab und drückt dabei die darüberliegenden Fasern nach außen. Die folgende Mikroskopaufnahme und damit verbunden die Detailansicht C zeigen eine solche Schädigung an einem im Temperprozess umgeformten quasiisotropen Laminat mit einer 0°/90°-Deckschicht.

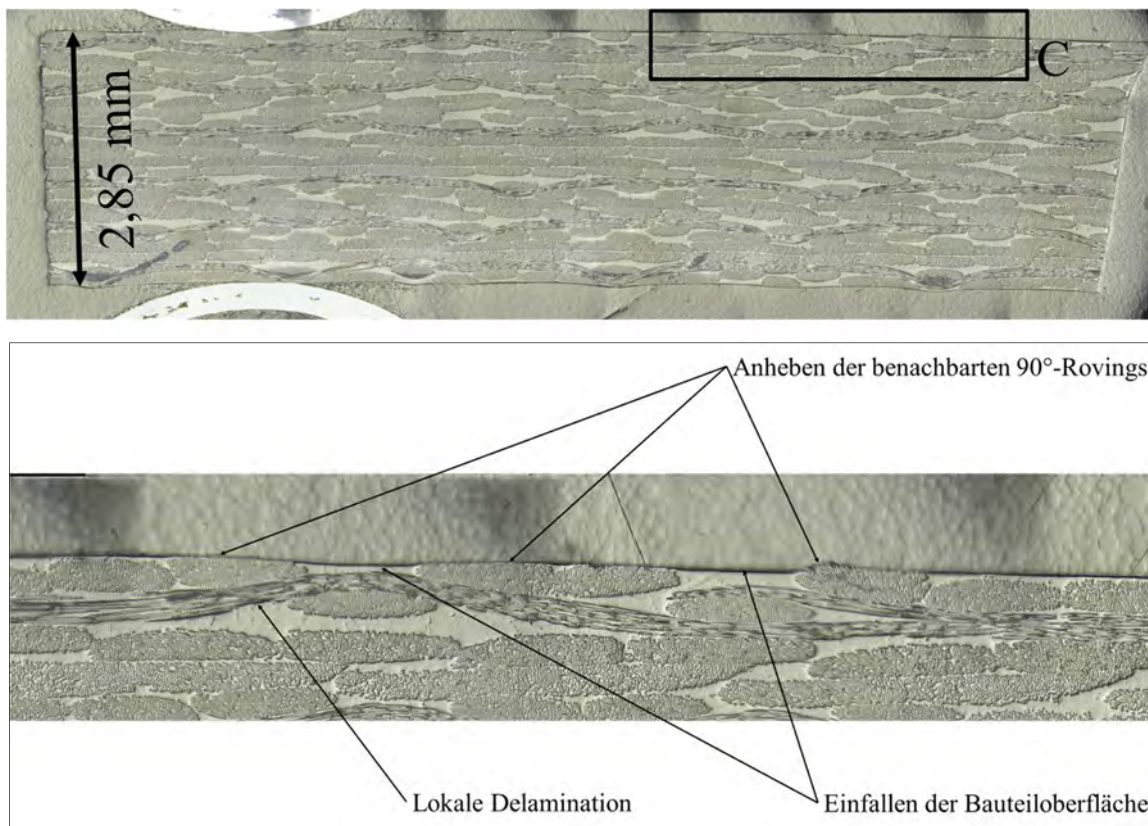


Abbildung 4.18: Lokale Delamination und Beeinträchtigung der Bauteiloberfläche bei einem hohen 90°-Anteil außen

Das Anheben der 90°-Rovings über den Delaminationen bringt zusätzlich eine negative Beeinträchtigung der Laminatoberfläche mit sich. Diese ist allerdings nicht ohne Weiteres zweifelsfrei zu erkennen, da der chemische Schwund aus dem Aushärtprozess eine ähnliche Struktur auf der Bauteiloberfläche hervorrufen kann.

Eine Auffälligkeit, die auch in Abbildung 4.15 zu erkennen ist, ist die Brechung des Lichts an stark ausgelenkten Faserbündeln in 0°-Richtung. Die folgende Abbildung zeigt die Detailaufnahme eines solchen Bereiches.

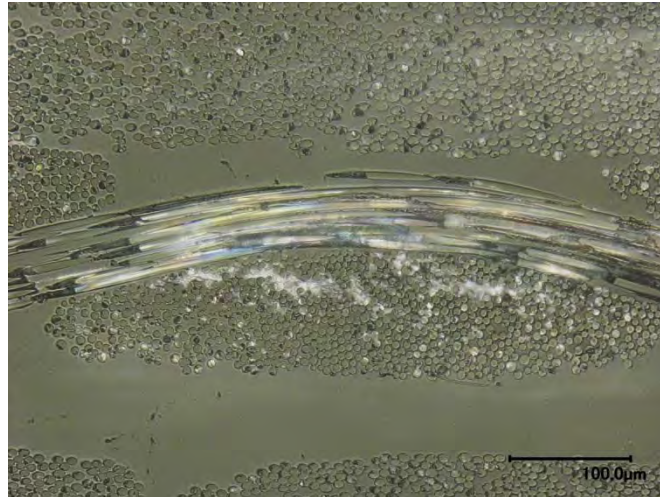


Abbildung 4.19: Optische Auffälligkeit an einem stark ausgelenkten Roving

Mit der Auslenkung des Rovings, der parallel zur Schnittebene verläuft geht ein Zwischenfaserbruch über die gesamte Breite des darunterliegenden Faserbündels einher. Ein solcher optischer Effekt tritt interessanterweise immer nur in den Bereichen auf, in denen das Laminat unzulässig stark verformt wurde. Die Ursache könnte eine Ablösung im Faser-Matrix Interface sein. Die Auswirkungen des Temper- und Umformprozesses auf das Interface wird deshalb in Kapitel 5.3 genauer untersucht.

Um abzusichern, dass die aufgezeigten Schädigungen tatsächlich durch die Umformung oberhalb der Glasübergangstemperatur verursacht wurden, wurden die Schliffbilder mit denen von Proben verglichen, die auf die gleiche Art getempert, aber dabei nicht verformt wurden. Zusätzlich wurden noch Schliffbilder elastisch verformter Proben erzeugt. Bei diesen Referenzproben wurden keine der oben aufgeführten Phänomene im Laminat beobachtet.

Schnitte an plastisch verformten Proben aus reinem 45°/135°-Laminat zeigen unabhängig vom Schnittwinkel weder Delaminationen noch Auffälligkeiten hinsichtlich des Faser-Matrix Interfaces. Die Mikroskopaufnahmen zu diesen Proben sind in Anhang C/Anhang zu finden.

4.3 Quantifizierung der Grenzen des Umformprozesses oberhalb der aktuellen Glasübergangstemperatur der Matrix

Die Betrachtung der Verformungsmechanismen und Schädigungsarten im Kapitel 4.2 hat gezeigt, dass die ohne offensichtliche Schädigung des Materials erzielbaren plastischen Verformungen im Temperprozess begrenzt sind. Hinzu kommt eine Abhängigkeit vom verwendeten Halbzeug, Lagenaufbau und vom Typ und Aushärtegrad der Matrix. Mit Blick auf die Geometriekorrektur von Faserverbundbauteilen ist es wichtig diese Grenze zu kennen, um die Entscheidung treffen zu können, ob und wie ein mit Abweichungen behaftetes Bauteil korrigiert werden kann. Mithilfe eines in Anlehnung DIN EN ISO 14125 [81] entwickelten Vierpunktbiegeversuches unter Temperbedingungen wird diese Grenze für Lamine aus LY564 / Aradur 22962 und dem Glasfasergewebe Interglas 92626 bestimmt. Über das Einführen der Größe Umsetzung als Verhältnis zwischen aufgebrachtener elastischer Dehnung und umgesetzter plastischer Verformung wird ein Vergleich zwischen verschiedenen Laminaten möglich. Die Messdaten aus diesem Versuch werden darüber hinaus genutzt, um die Streuung der Ergebnisse des Umformprozesses in Abhängigkeit vom Laminat zu quantifizieren.

4.3.1 Beschreibung des aktiven Vierpunktbiegeversuchs während des Post-Cure-Prozesses

Die Hauptmotivation zur Entwicklung eines eigenen Versuchsaufbaus einschließlich Vorrichtung liegt in der Möglichkeit zur Integration in das in Kapitel 3.1.2 beschriebene Gesamtsystem zur Geometriekorrektur. Besonders die in Labview realisierte Kopplung des Verformungsapparates mit der dielektrischen Analyse und der optischen Geometrieerfassung stellt einen wichtigen Schritt auf dem Weg zur Geometriekorrektur an größeren Faserverbundkomponenten dar [66]. Die Probenkörper für diesen Vierpunktbiegeversuch im Temperprozess werden aus Huntsman LY564 / Aradur 22962 und dem Glasfasergewebe Interglas 92626 im Single-Line-Infusionsverfahren bei Umgebungsdruck und Umgebungstemperatur gefertigt. Die Plattengröße ist dabei so gewählt, dass jeweils ein Satz von sieben Proben plus eine Probe als Sicherheit aus einer Platte gewonnen werden kann. Dies ist für die spätere Betrachtung der Streuung des Prozesses wichtig, da so gewährleistet werden kann, dass alle Probenkörper eines Satzes exakt den gleichen Ausgangszustand vor dem Umformprozess besitzen. Die Harzinfusion wird als Ringanguss mit einem Caulplate durchgeführt, so dass sowohl Probenober- als auch Probenunterseite eine glatte Oberfläche besitzen. Die dielektrischen Foliensensoren werden vor der Infusion in der Symmetrieebene des Laminataufbaus positioniert. Nach dem Abschluss der Harzinfusion werden die Probenplatten für 40 Minuten bei 60 °C getempert. Die so für dieses Harzsystem erzielbare Glasübergangstemperatur nach dem Initial-Cure-Schritt von ca. 60 – 65 °C stellt die Schwelle dar, ab der die Probenplatten sicher entformbar sind und mechanisch nachbearbeitet werden können. Gleichzeitig besitzen sie aber wegen des relativ niedrigen Aushärtegrades noch ein hohes Potenzial zur Umformung im Temperprozess. Das CTT-Diagramm in Abbildung 4.21 gibt sowohl die Voraushärtung bis zur Entformung als auch das Tempern wieder. Insgesamt werden auf diese Weise drei verschiedene Probentypen mit den Lagenaufbauten $[0 / 90]_{6S}$, $[0 / 90 \pm 45]_{3S}$ und $[\pm 45]_{6S}$ gefertigt. Die Probenstärke liegt bei zwölf Lagen dieses Gewebes und diesem Infusionsprozess im Mittel bei 2,73 mm. Eine detailliertere Beschreibung der Probenfertigung kann in [82] nachgelesen werden. Die folgende

Abbildung zeigt eine auf diese Weise gefertigte Biegeprobe mit den Maßen und dem im Laminat integrierten Foliensensor.

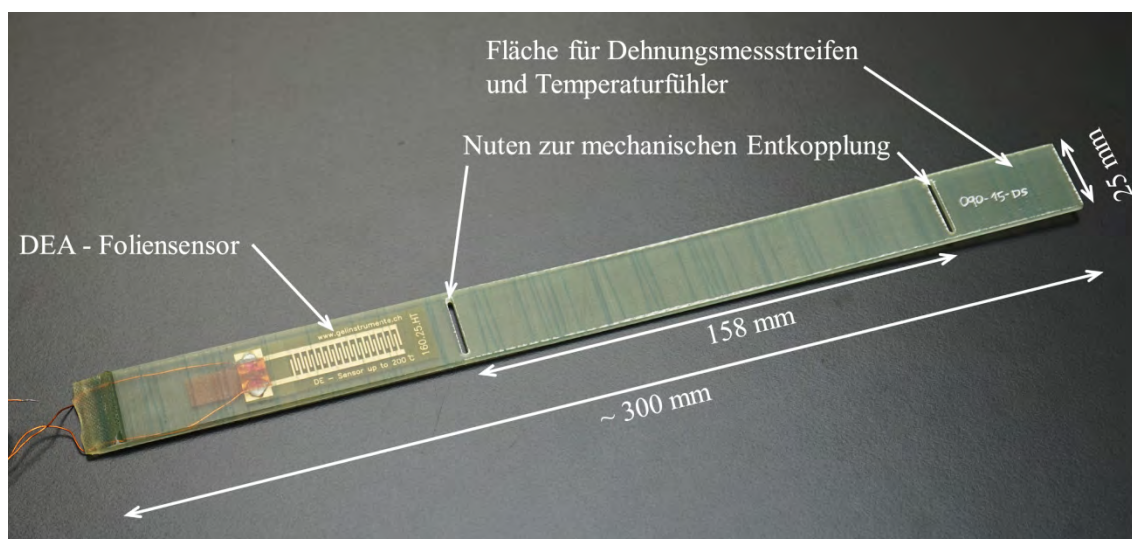


Abbildung 4.20: Geometrie der Vierpunktbiegeproben

Die eingefrästen Nuten dienen dazu, Bereiche, die für Sensoren vorgesehen sind, mechanisch vom Bereich der Biegung zu entkoppeln. So wird sichergestellt, dass die Sensoren keinen Einfluss auf die Biegung haben, die Sensorbereiche aber trotzdem dieselbe Temperhistorie wie der Prüfbereich besitzen. Mithilfe einer DSC – Analyse wird der Aushärtezustand der drei Probensätze nach dem Initial-Cure-Schritt überprüft. Die folgende Tabelle enthält die Ergebnisse dieser Analyse.

| | T_g [°C] | X_{calc} [%] |
|-------------------------------|------------|----------------|
| [0 / 90] _{6S} | 65,2 | 74,7 |
| [0 / 90 ± 45] _{3S} | 60,1 | 72,5 |
| [± 45] _{6S} | 60,1 | 72,5 |

Tabelle 4.4: Ergebnis der DSC - Analyse der Probenplatten für den aktiven Vierpunktbiegeversuch nach dem Initial-Cure-Schritt

Die Glasübergangstemperaturen der Platten liegen im angestrebten Bereich. Das bedeutet, dass die Platten zur Weiterverarbeitung zu Biegeproben geeignet sind. Die Restenthalpie ΔH_R und damit auch der daraus mithilfe der in Tabelle 3.5 bestimmten Gesamtreaktionsenthalpie von 473,52 J/g errechnete Aushärtegrad A_{DSC} streuen relativ stark untereinander. Dies ist auf ein bekanntes Problem in der Auswertung dieser Messungen zurückzuführen, bei der die Tangente unterhalb der Messkurve per Hand positioniert werden muss. Kleine Verschiebungen führen hier zu signifikanten Änderungen der zu bestimmenden Restenthalpie.

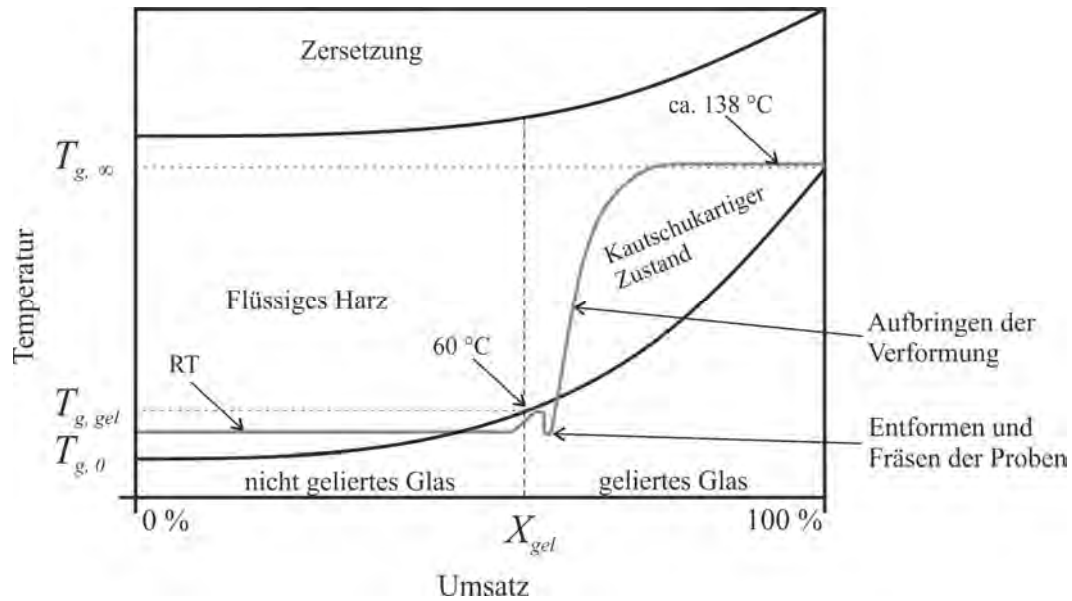


Abbildung 4.21: CTT-Diagramm mit der Prozessführung zur Probenfertigung und Durchführung des aktiven Vierpunktbiegeversuchs

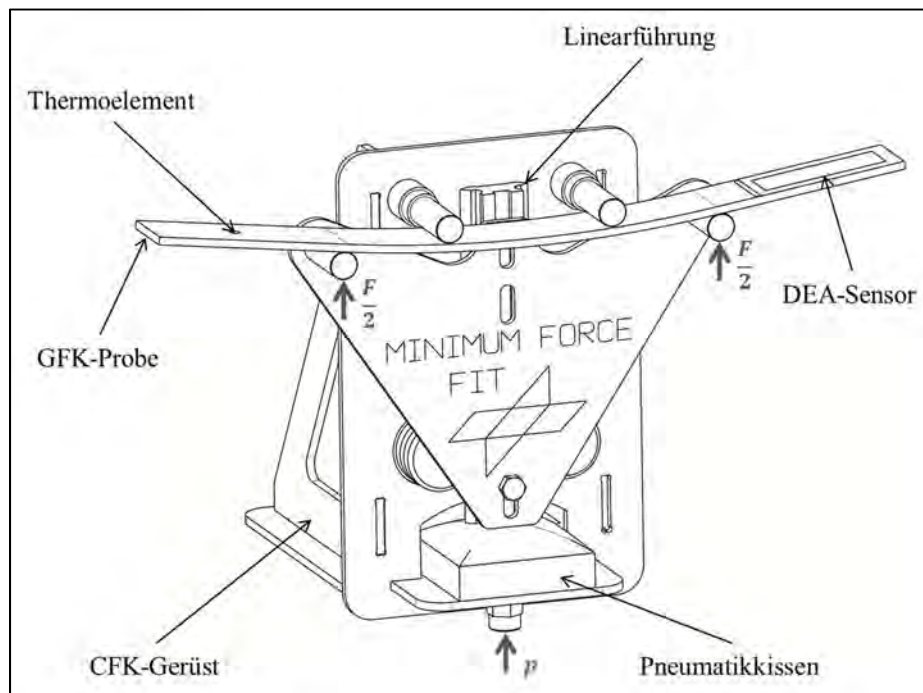


Abbildung 4.22: ISO - Ansicht der Biegevorrichtung für den aktiven Vierpunktbiegeversuch mit Kennzeichnung der Funktionselemente

Die Grundstruktur der in Abbildung 4.22 skizzierten Biegevorrichtung besteht aus Frästeilen aus quasiisotropem CFK, um Wärmehdehnungseffekte zu reduzieren. Die beiden äußeren Auflager werden über eine Lineareinheit geführt nach oben verschoben. Aufgrund der für Tests an RTM 6 notwendigen Temperaturbeständigkeit von 220°C und um eine Übertragbarkeit auf größere und komplexere Vorrichtungen zu gewährleisten, wird ein über ein Regelventil angesteuertes Pneumatikkissen als Aktuator genutzt. Da der Luftdruck im Kissen bekannt ist, kann zudem über eine im Vorfeld erstellte Kalibrierkurve ein Rückschluss auf die anliegende Kraft gezogen werden. Die Sensoren befinden sich außerhalb des biegebeanspruchten Bereiches, um die

V Versuchsergebnisse nicht zu beeinflussen. Die Positionierung der Sensoren und die nach vorne auskragenden Auflager ermöglichen es, den Verformungsvorgang mit einem optischen Geometrieerfassungssystem zu verfolgen. Die in einem mit einer Glastür ausgestatteten Laborofen installierte Biegevorrichtung ist in Abbildung 4.25 dargestellt.

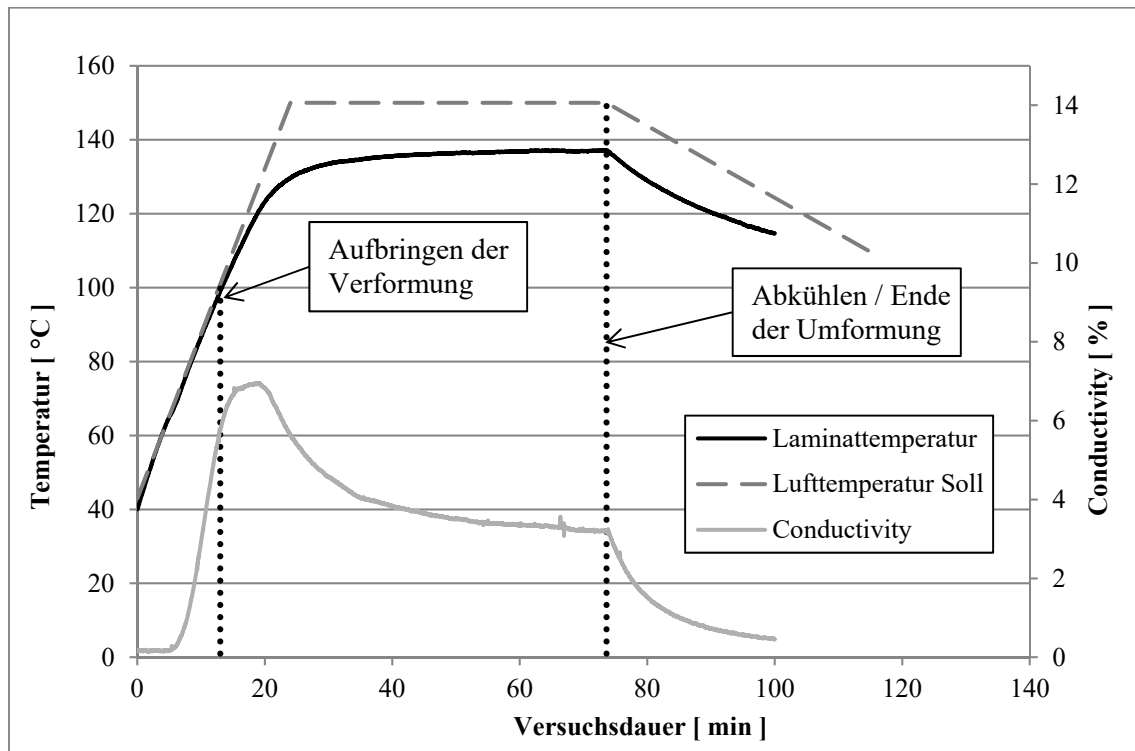


Abbildung 4.23: Beispielhafter Temperaturverlauf für einen aktiven Vierpunktbiegeversuch oberhalb der Glasübergangstemperatur

Die Laminatproben, die sich zu Beginn des Temperprozesses im gelierten glasartigen Zustand befinden, werden durch eine steile Heizrampe in den kautschukartigen Zustand überführt. Nach dem vollständigen Erweichen der Matrix wird der im Vorfeld definierte Biegeradius aufgebracht und bis zum Ende des Prozesses gehalten. Abbildung 4.23 zeigt beispielhaft die während eines solchen Versuches erfassten Temperatur- und Leitfähigkeitsdaten. Die Bauteiltemperatur in der Plateauphase des Temperprozesses liegt sehr nahe an der maximalen Glasübergangstemperatur von LY564 / Aradur 22962 von ca. 135 °C. Das hat zur Folge, dass die Ladungsträger und Dipole eine gewisse Beweglichkeit behalten. Die Leitfähigkeit fällt erst mit dem Abkühlen und Erstarren der Matrix wieder in Richtung Null. Die Diskrepanz zwischen der Solltemperatur und der Bauteiltemperatur ist auf die unzureichende thermische Isolation der nachgerüsteten Glastür des Laborofens zurückzuführen.

Die folgende Abbildung zeigt eine Skizze des Vierpunktbiegeversuches mit allen für die weiteren Berechnungen notwendigen geometrischen Parametern.

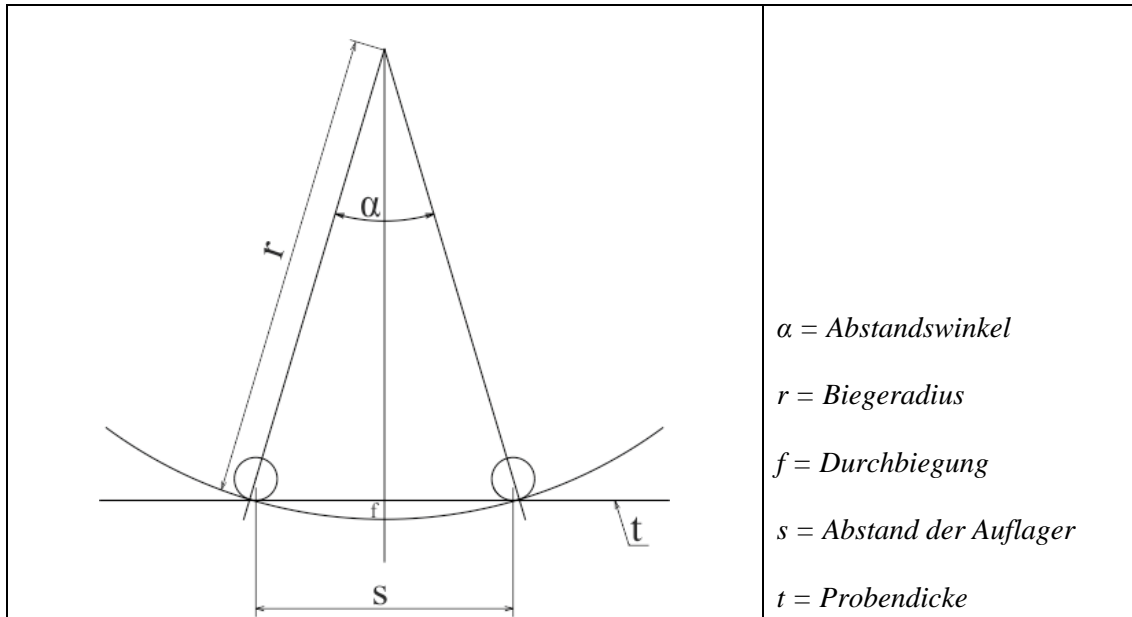


Abbildung 4.24: Skizze des Vierpunktbiegeversuches mit den relevanten Parametern [82]

Die folgenden Formeln stützen sich auf die Angaben in DIN EN ISO 14125 [81] zum Verfahren B. Zur Bestimmung der Randfaserdehnung ε wird die jeweilige Probendicke gemessen, der Abstand der Auflager s ist eine Konstante.

$$\varepsilon = \frac{4,7 f_B t}{s^2} \quad 4.5$$

Die Durchbiegung f_B wird aus dem Biegeradius r und dem Abstandswinkel α berechnet.

$$f_B = 2r \sin^2\left(\frac{\alpha}{4}\right) \quad 4.6$$

In dieser Versuchsreihe stellt der Biegeradius einen im Vorfeld definierten Einstellwert dar. Zusammen mit dem Auflagerabstand kann daraus der Abstandswinkel berechnet werden.

$$\alpha = 2 \arcsin\left(\frac{s}{2r}\right) \quad 4.7$$

Der Biegeradius wird im Rahmen dieser Versuchsreihe immer auf der konkaven Seite der Biegeprobe betrachtet. Bei den Biegeversuchen wird erwartet, dass der gemessene Biegeradius

der Probe nach dem Umformprozess nicht exakt dem an der Vorrichtung eingestellten Biegeradius entspricht. Deshalb ist es sinnvoll, hier zwischen

r_a = aufgebrachter, an der Vorrichtung voreingestellter Radius

und

r_u = umgesetzter Biegeradius der entlasteten Probe nach der Umformung

zu unterscheiden.

Dies gilt auch für die daraus abgeleitete Randfaserdehnung ε .

ε_a = mit der Vorrichtung aufgebrachte Randfaserdehnung

ε_u = in plastische Verformung umgesetzter Teil der Randfaserdehnung

Die oben vorgestellte Berechnung wird im Versuch also zweimal benutzt. Im Vorfeld wird aus einer Randfaserdehnung ein aufzubringender Biegeradius berechnet. Nach der plastischen Umformung und Vermessung der Probe wird aus dem gemessenen Biegeradius der in plastische Verformung umgesetzte Teil der Randfaserdehnung berechnet.

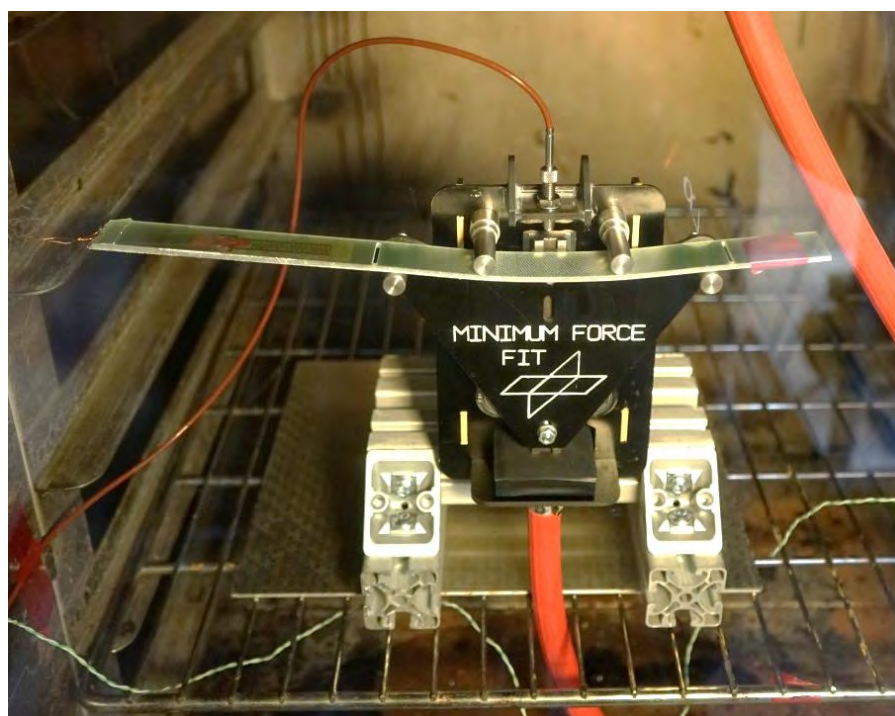


Abbildung 4.25: Vorrichtung für Biegeversuche unter erhöhter Temperatur im Laborofen

4.3.2 Ermittlung der maximal erzielbaren Umformung in Abhängigkeit vom Lagenaufbau

Zur Eingrenzung des Bereiches, in dem eine Schädigung der Laminatproben aufgrund der Umformung im Temperprozess zu erwarten ist, wird die in Abbildung 4.22 gezeigte Vorrichtung mit einem verstellbaren Anschlag versehen. Über diesen kann der aufgebrachte Biegeradius im Prozess stufenlos variiert werden. Die Biegeproben werden damit oberhalb der aktuellen Glasübergangstemperatur soweit verformt bis eine Schädigung auftritt. Der zu diesem Zeitpunkt aufgebrachte Biegeradius wird für alle drei untersuchten Lamine erfasst. Darauf aufbauend erfolgt iterativ die Ermittlung des kleinsten aufbringbaren Biegeradius beziehungsweise der höchsten aufbringbaren Randfaserdehnung. Die maximal erzielbare Umformung wird dann erreicht, wenn die Probe nach dem Umformprozess gerade noch keine sichtbaren Schädigungen zeigt, wie sie in Kapitel 4.2.2 definiert sind. Die aufgebrachte Dehnung wird dazu im vorher bestimmten Bereich schrittweise um $\Delta\varepsilon_a = 0,03 \%$ erhöht.

| $\varepsilon_a [\%]$ | $r_a [\text{mm}]$ | | [0 / 90] _{6S} | [0 / 90 ± 45] _{3S} | [± 45] _{6S} |
|----------------------|-------------------|--|--------------------------|-------------------------------|-------------------------|
| 0,788 | 204,41 | | - | - | nicht beschädigt |
| | | | | | |
| 0,249 | 644,12 | | Probe beschädigt | Probe beschädigt | - |
| 0,219 | 732,36 | | Probe beschädigt | nicht beschädigt | - |
| 0,189 | 848,60 | | nicht beschädigt | - | - |

Tabelle 4.5: Schritte zur Bestimmung des minimalen Biegeradius für den Vierpunktbiegeversuch

In der obigen Tabelle sind die Ergebnisse dieser Versuchsreihe in Abhängigkeit vom Lagenaufbau angegeben. Aufgrund der sehr starken Schwächung der Stützwirkung der Matrix durch das prinzipbedingte Überschreiten der aktuellen Glasübergangstemperatur können nur relativ geringe Randfaserdehnungen in der Größenordnung von 0,2 % auf die Lamine mit 0°-Faseranteilen aufgebracht werden. Die Verformung der mit bidiagonalem Fasermaterial verstärkten Proben ist nicht durch eine Schädigung des Materials, sondern durch den minimal einstellbaren Biegeradius an der Vorrichtung begrenzt.

Dieses hohe Umformpotenzial bidiagonaler Lamine ist weniger für die Geometriekorrektur als vielmehr für die Herstellung von Schalenversteifungen oder kleineren Verbindungselementen aus Plattenhalbzeug interessant. Diese könnten in einem folgenden Arbeitsschritt im Fuß- oder Gurtbereich noch mit Fasern anderer Orientierung verstärkt werden. Aufgrund der in Kapitel 4.2.1 beschriebenen, aus der Biegung resultierenden globalen Verformung, macht eine starke Umformung dieser Lamine nur vor der Bearbeitung der Endkontur Sinn.

Der in plastische Verformung umgesetzte Anteil der aufgetragenen Biegung wird durch die geometrische Vermessung der Proben nach dem abgeschlossenen Temperprozess ermittelt. Es werden jeweils acht Proben pro Laminataufbau umgeformt. Das Vermessungsverfahren und die damit verbundene Streuung werden im folgenden Kapitel näher beleuchtet. Dies gilt auch für die in den folgenden Diagrammen angegebene Streuung des Umformergebnisses innerhalb der Probensätze. Das folgende Diagramm zeigt den minimalen aufgetragenen Biegeradius und den damit erzielten umgesetzten Biegeradius in Abhängigkeit vom Laminataufbau.

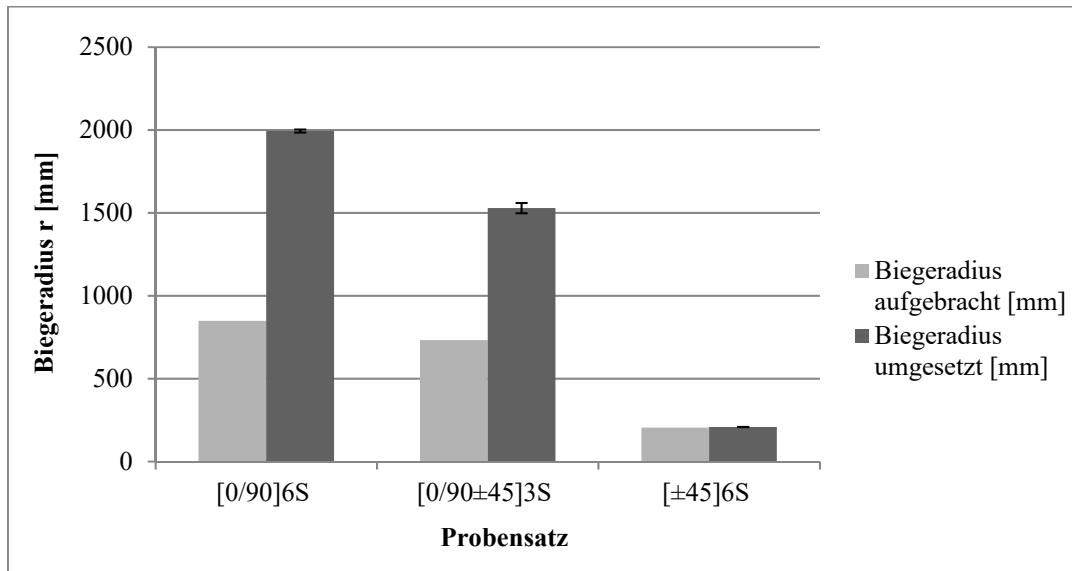


Abbildung 4.26: Gegenüberstellung der aufgetragenen und mittleren umgesetzten Biegeradien im Vierpunktbiegeversuch in Abhängigkeit vom Probensatz

Die Messergebnisse zeigen, dass mit einem steigenden Anteil an 0°-Fasern das Verformungspotenzial sinkt. Mit Blick auf die weiter oben vorgestellten Verformungsmechanismen ist davon auszugehen, dass das Potenzial bei der Verwendung von unidirektionalem Gelege noch geringer ist, da hier auch die gewebespezifischen Streckungsmechanismen nicht zur plastischen Verformung beitragen können. Trotz der Tatsache, dass die $\pm 45^\circ$ -Lagen nicht die Decklagen darstellen, haben diese einen positiven Einfluss auf das Umformpotenzial des quasiisotropen Lagenaufbaus.

Um die Übertragbarkeit gewährleisten zu können, werden der aufgetragene und der umgesetzte Biegeradius mithilfe der Formeln 4.5 bis 4.7 in Randfaserdehnungen umgerechnet. Dies ist insbesondere dann notwendig, wenn im Vorfeld eines Korrekturprozesses für ein komplexeres Faserverbundbauteil Simulationen durchgeführt werden sollen.

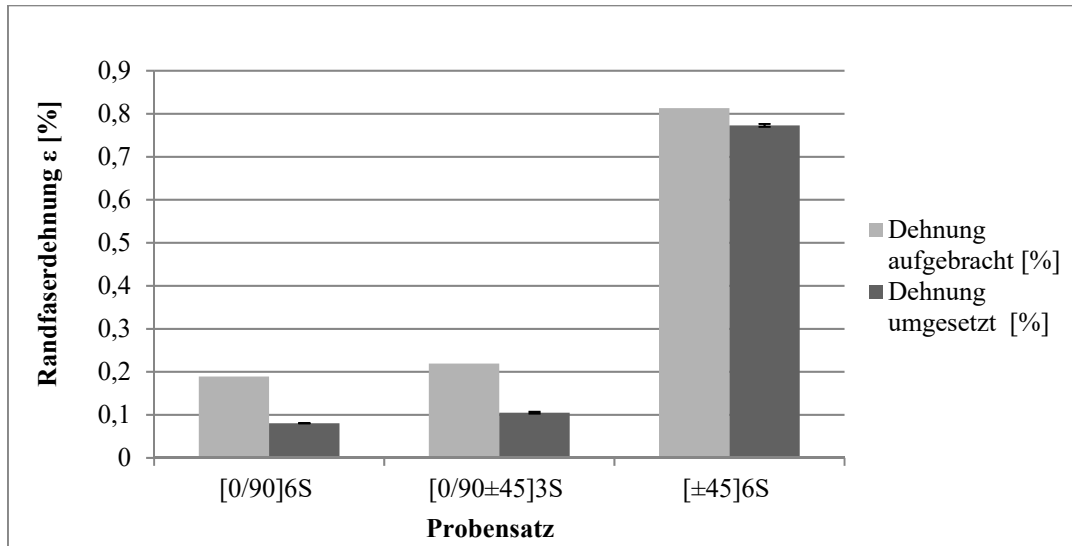


Abbildung 4.27: Gegenüberstellung der aufgebracht und umgesetzten mittleren Randfaserdehnungen im Vierpunktbiegeversuch in Abhängigkeit vom Probensatz

Aus dem Diagramm wird deutlich, dass die maximal zulässigen aufgetragenen Dehnungen insbesondere für das $[0/90]_{6S}$ -Laminat und das $[0/90 \pm 45]_{3S}$ -Laminat deutlich unter denen liegen, die ein Glasfaserlaminat mit Epoxidharzmatrix unter normalen Bedingungen schadensfrei ertragen kann. Insbesondere die Betrachtung der Biegeradien zeigt aber, dass die Größenordnung der umsetzbaren Verformung ausreichend ist, um kleinere Geometrieabweichungen zu korrigieren, die zum Beispiel für Low-RCS-Anwendungen oder laminar umströmte Profile problematisch sind.

Aus den Diagrammen in Abbildung 4.26 und Abbildung 4.27 ist ersichtlich, dass abhängig vom Lagenaufbau der Probe nur ein bestimmter Anteil der im Prozess aufgetragenen Verformung in eine plastische Verformung umgesetzt werden kann. Im Folgenden wird das prozentuale Verhältnis als Umsetzung U bezeichnet.

$$U_r = \frac{r_a}{r_u} * 100 \quad 4.8$$

$$U_\varepsilon = \frac{\varepsilon_u}{\varepsilon_a} * 100 \quad 4.9$$

Diese Umsetzung zeigt zum einen, wie groß das Potenzial eines Laminates für die Geometriekorrektur ist. Zum anderen kann man so ablesen, wie weit eine Probe über den angestrebten Wert hinaus verformt werden muss, um nach dem Korrekturprozess den Sollwert zu erreichen. Das folgende Diagramm zeigt die mittlere prozentuale Umsetzung der Randfaserdehnung in Abhängigkeit vom Laminataufbau.

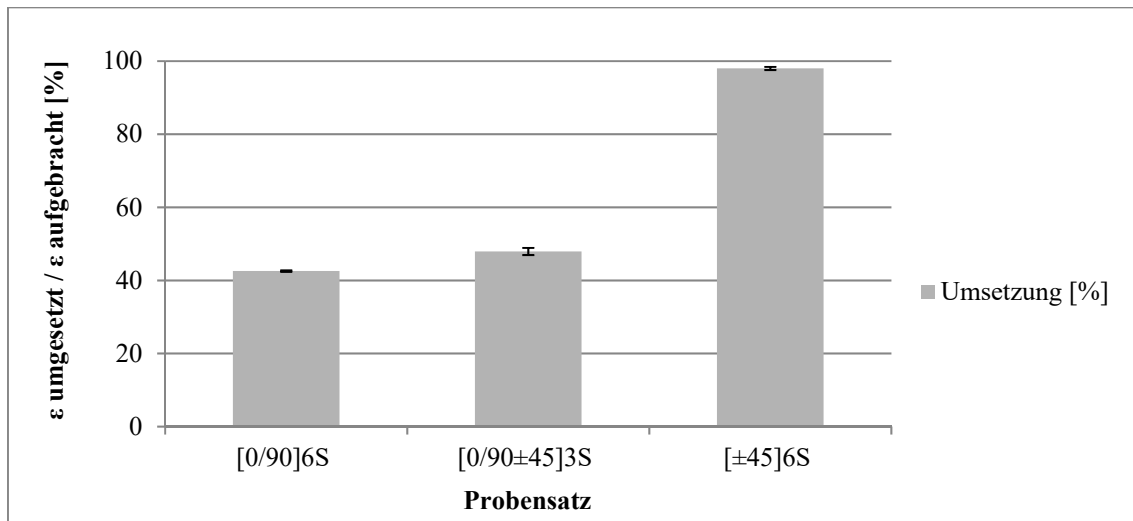


Abbildung 4.28: Anteil der in plastische Verformung umgesetzten elastischen Randfaserdehnung

Es ist wahrscheinlich, dass die Umsetzung bei einer geringeren aufgetragenen Dehnung als der maximal möglichen höher ist. Eine Untersuchung dieses Zusammenhanges ist auf Basis der ermittelten Werte und des beschriebenen Versuchsaufbaus möglich. Hierfür müssten in einer weiteren Versuchsreihe stichprobenartig mehrere Biegeproben mit unterschiedlich großen Biegeradien innerhalb des ermittelten zulässigen Bereichs plastisch verformt und vermessen werden. Die in einem Diagramm aufgetragene Umsetzung über dem aufgetragenen Biegeradius kann diesen Zusammenhang veranschaulichen. Für den im Rahmen dieser Arbeit betrachteten Korrekturprozess ist die Kenntnis des Verlaufes der Umsetzung über der aufgetragenen Verformung nicht zwingend notwendig. Wichtig ist hier die Möglichkeit zur Bewertung im Vorfeld, ob die Geometrie einer Faserverbundkomponente auf Basis der maximalen zulässigen Verformung noch korrigiert werden kann. Die Korrektur selbst muss dabei nicht zwangsläufig in einem einzigen exakt vorausberechneten Verformungsschritt geschehen, da die ansteigende aktuelle Glasübergangstemperatur im Temperprozess mehrfach überschritten werden kann.

Ein Zusammenhang zwischen der Umsetzung der jeweiligen Probe und der zum Zeitpunkt des Aufbringens der Verformung im Temperprozess gemessenen Leitfähigkeit wurde vermutet und in [82] untersucht, konnte aber nicht bestätigt werden.

4.3.3 Ermittlung der Streuung des Umformprozesses

Die Standardabweichung der umgesetzten Dehnung kann zusammen mit den Toleranzanforderungen einer Faserverbundkomponente genutzt werden, um im Vorfeld im Rahmen einer Simulation zu bewerten, ob eine Geometriekorrektur im Temperprozess zielführend ist. Die Berechnung der in diesem Kapitel aufgeführten Standardabweichungen findet auf Basis der folgenden Gleichung und unter der Annahme statt, dass es sich bei den einzelnen Versuchsergebnissen jeweils um Stichproben einer Grundgesamtheit handelt.

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} \quad 4.10$$

Die arithmetischen Mittelwerte der Ergebnisse des Biegeversuchs werden dazu aus jeweils acht Einzelwerten pro Lagenaufbau berechnet. Die folgende Tabelle zeigt diese mit den dazugehörigen Standardabweichungen.

| Versuchsreihe | [0 / 90] _{6S} | [0 / 90 ± 45] _{3S} | [± 45] _{6S} |
|--|--------------------------|-------------------------------|------------------------|
| Biegeradius aufgebracht r_a [mm] | 848,6 | 732,4 | 204,4 |
| Biegeradius umgesetzt \bar{r}_u [mm] | 1994,5 ± 9,4 | 1529,0 ± 30,9 | 208,6 ± 0,9 |
| Dehnung aufgebracht ε_a [%] | 0,189 | 0,219 | 0,813 |
| Dehnung umgesetzt $\bar{\varepsilon}_u$ [%] | 0,0804 ± 0,0004 | 0,1049 ± 0,0021 | 0,7730 ± 0,0033 |
| Umsetzung U [%] | 42,55 ± 0,20 | 47,91 ± 0,98 | 98,00 ± 0,42 |

Tabelle 4.6: Mittelwerte und dazugehörige Standardabweichungen der umgesetzten Verformungen aus dem Biegeversuch

Hier fällt auf, dass die Streuung der Ergebnisse des quasiisotropen Laminats deutlich größer ist als die der anderen beiden Probensätze. Die naheliegende Vermutung, dass ein höherer elastischer Anteil der Verformung zu einer höheren Streuung führt, wird so nicht bestätigt. Eine Ursache für die vergleichsweise hohe Standardabweichung dieses Probensatzes könnte das relativ komplexe Verformungsverhalten sein, bei dem alle beschriebenen Verformungsmechanismen überlagert zum Tragen kommen. Kleine Abweichungen in der Prozessführung innerhalb des Probensatzes führen hier möglicherweise zu einer Verschiebung der Anteile der unterschiedlichen Verformungsmechanismen.

Bei der Bewertung der in der obigen Tabelle gezeigten Ergebnisse muss auch das Verfahren zur Ermittlung des umgesetzten Biegeradius berücksichtigt werden. Eingesetzt wurde hier ein ATOS-System zur optischen Geometrieerfassung mittels Streifenprojektion der Firma GOM. Die Weiterverarbeitung und Auswertung der Daten erfolgte in der Software GOM Inspect V8.

Das folgende Ablaufdiagramm zeigt das prinzipielle Vorgehen bei der Ermittlung des Biegeradius einer Werkstoffprobe auf Basis eines als Punktwolke vorliegenden 3D-Scans der Probengeometrie.

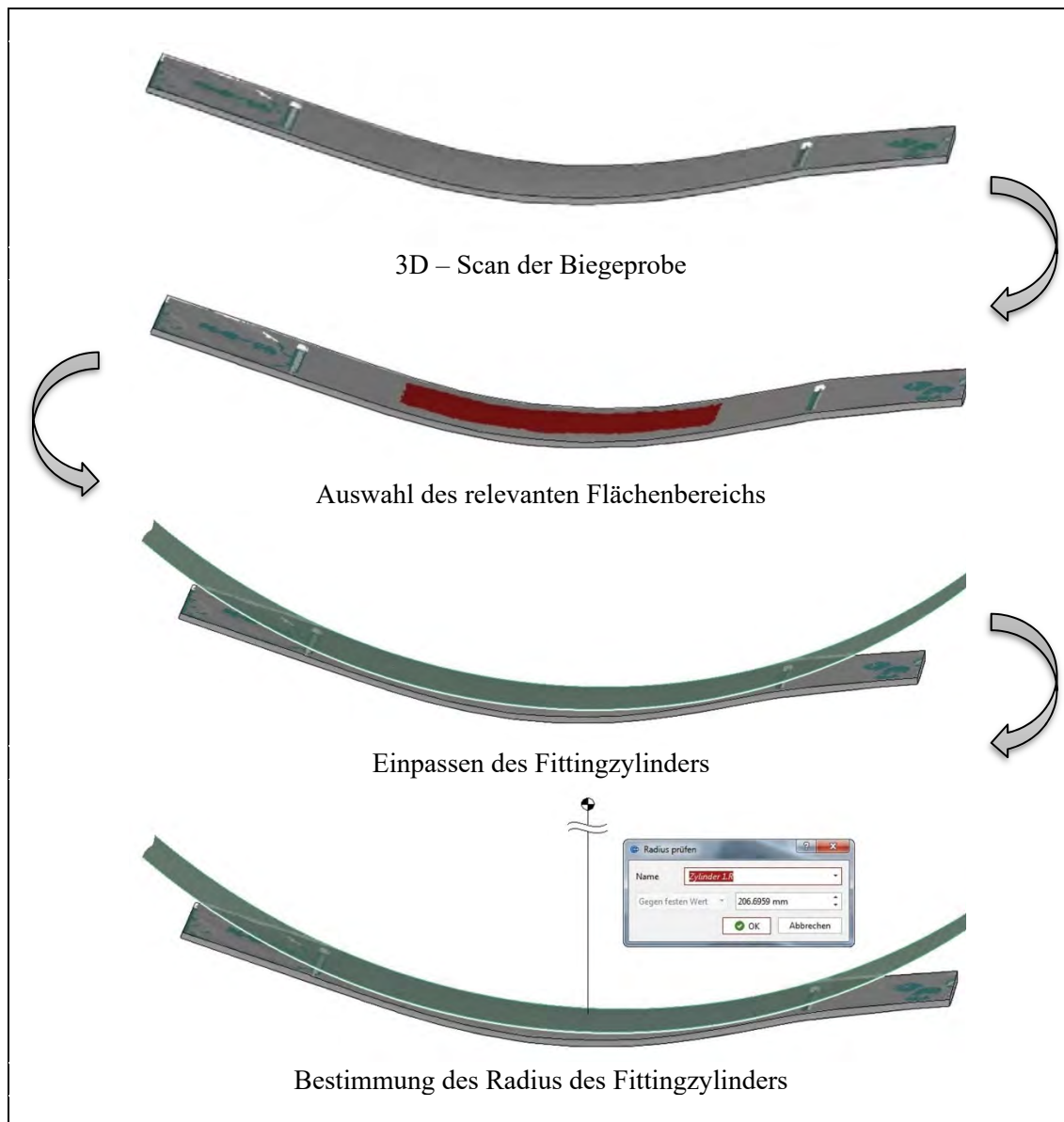


Abbildung 4.29: Einzelschritte zur Ermittlung des Radius der Biegeproben mit der Software GOM Inspect V8 [82]

Der entscheidende Schritt in diesem Ablauf ist die Selektion des für die Bestimmung des Biegeradius relevanten Flächenbereichs auf den Scandaten. Dies geschieht durch den Bediener für jede einzelne Probe. Hier ist es wichtig, fehlerhaft erfasste Messpunkte an den Rändern der Probe nicht mit auszuwählen. Das Einpassen des Fittingzylinders erfolgt dann nach einem gleichbleibenden, vorher festgelegten Kriterium. Zur Untersuchung der Streuung dieses Auswerteprozesses wird der Biegeradius einer einzelnen verformten Probe pro Lagenaufbau viermal in Folge neu ermittelt.

Die folgende Tabelle zeigt den arithmetischen Mittelwert des umgesetzten Biegeradius und die ermittelte Standardabweichung für den Auswerteprozess für die drei untersuchten Lamine.

| Versuchsreihe | [0 / 90] _{6S} | [0 / 90 ± 45] _{3S} | [± 45] _{6S} |
|---------------------------------------|--------------------------|-------------------------------|------------------------|
| Arithmetisches Mittel \bar{r}_u | 2001,14 mm | 1535,58 mm | 207,25 mm |
| Empirische Streuung S_{einz} | 18,33 mm | 14,90 mm | 2,64 mm |

Tabelle 4.7: Arithmetischer Mittelwert des Biegeradius und daraus berechnete empirische Streuung des Vermessungsergebnisses in Abhängigkeit vom Probenaufbau

Trägt man die Standardabweichung über dem Biegeradius auf so zeigt sich, dass die Abweichung größer wird, je größer der Radius ist, den es zu ermitteln gilt.

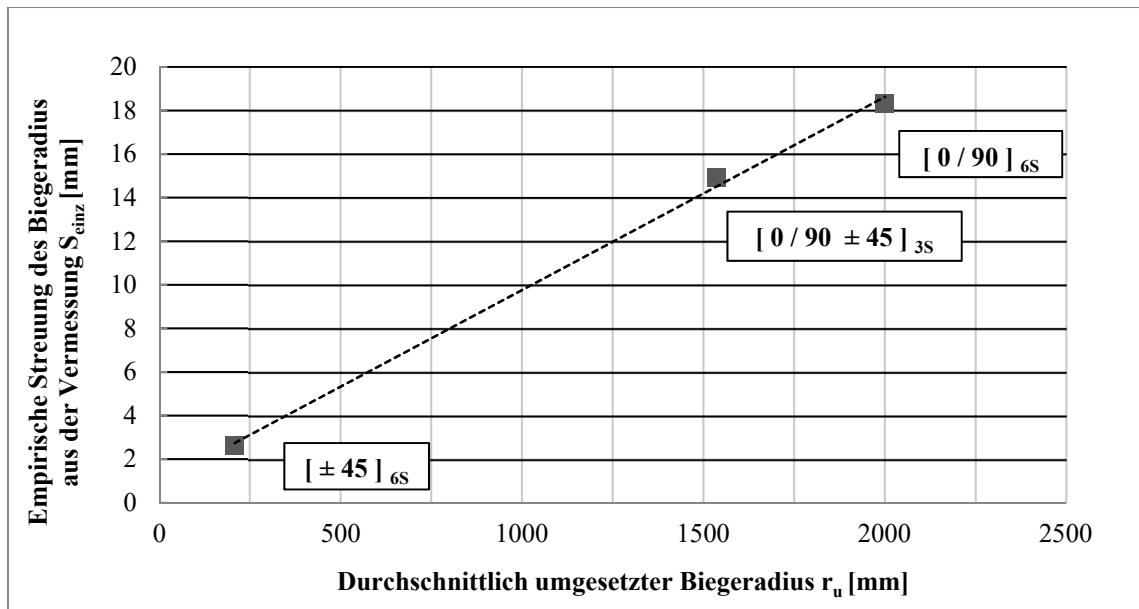


Abbildung 4.30: Empirische Streuung der ermittelten Radien der Biegeproben aus dem Vermessungsvorgang [82]

Dieses Problem des Auswerteverfahrens wird insbesondere dann ersichtlich, wenn man die Geometrie der Biegeprobe einer ebenen Platte annähert. Abhilfe im Bereich der hier betrachteten Radien kann ein rein mechanisches Messverfahren schaffen, bei dem ähnlich wie in Abbildung 4.24 skizziert nur die Durchbiegung der Probe auf zwei Auflagern gemessen wird. Ein Nachteil dieses Vorgehens ist zum einen die Beschränkung auf einfache Probengeometrien. Zum anderen kann nicht direkt überprüft werden, welche Gestalt die Biegelinie aufweist. Dies ist besonders dann wichtig wenn Materialien zum Einsatz kommen, bei denen Schädigungen nicht mit bloßem Auge zu erkennen sind.

Ein Vergleich der Werte aus Tabelle 4.6 mit denen aus Tabelle 4.7 zeigt, dass die Streuung des Umformprozesses für das quasiisotrope Laminat als einzige über der für den Auswerteprozess ermittelten Streuung liegt. Gleichzeitig liegen die Streuungen des Umformprozesses im Allgemeinen aber in der gleichen Größenordnung wie die des Auswerteprozesses.

4.4 Kritische Betrachtung und Zusammenfassung

Die durchgeführte DMA-Analyse belegt, dass das teilausgehärtete Epoxidharz mit Überschreiten der aktuellen Glasübergangstemperatur ein viskoelastisches Materialverhalten aufweist. Das Erweichen des Werkstoffes kann durch die prozessbegleitende dielektrische Analyse erfasst werden. Aus den Messdaten konnte mit der Steigung der Leitfähigkeit über der Heizrate ein Kriterium abgeleitet werden, welches zum Starten eines automatisierten Geometriekorrekturprozesses herangezogen werden kann. Dies ist besonders dann notwendig, wenn die fortschreitende Glasübergangstemperatur in einem Temperprozess mehrfach überschritten werden soll. Findet ein grundlegend anderes Harzsystem Verwendung so ist es sinnvoll, diesen relativ einfachen Versuch mit diesem Harzsystem zu wiederholen, um das Startkriterium zu überprüfen.

Für den gewählten Verbundwerkstoff mit Glasfasergewebe als Verstärkung wurden Verformungsmechanismen und damit einhergehend auch Schädigungsarten bei übermäßiger Verformung aufgezeigt. Insbesondere mit Blick auf die Verwendung von Kohlenstofffasern und Gelegen können diese Ausführungen aber nicht als umfassend betrachtet werden. Gerade die Detektion von Schädigungen bei der Verformung von nicht transluzenten Laminaten im Temperprozess bedarf weiterer Untersuchungen. Aufgrund des negativen thermischen Ausdehnungskoeffizienten und der im Vergleich zu den betrachteten Glasfasern höheren Steifigkeit von Kohlenstofffasern wird damit gerechnet, dass das Verformungspotenzial von CFK-Laminaten niedriger ist.

Der in diesem Kapitel entwickelte Vierpunktbiegeversuch im Temperprozess kann als Zwischenschritt zur Geometriekorrektur komplexerer Faserverbundbauteile betrachtet werden. Hier konnten alle notwendigen Sensor- und Aktorkomponenten hinsichtlich ihrer Eignung zur Integration in ein automatisiertes Gesamtsystem getestet werden. Die Versuchsergebnisse selbst zeigen ein relativ starkes Rückfedern nach der Umformung für die Proben aus $[0/90]_{6S}$ -Laminat und $[0/90 \pm 45]_{3S}$ -Laminat. Das bedeutet, dass abgesehen vom rein bidiagonal verstärkten Verbundmaterial nur relativ geringe Randfaserdehnungen in plastische Verformung umsetzbar sind. Hinzu kommt, dass beim Ergebnis der Umformung mit einer Streuung zu rechnen ist. Je nach Bauteilgeometrie, Grad der Geometrieabweichungen und Anforderungen muss also entschieden werden, ob eine Geometriekorrektur im Temperprozess zielführend ist.

5. Die Auswirkungen der Geometriekorrektur auf Matrix und Verbundwerkstoff

Im folgenden Kapitel werden die Auswirkungen des vorgeschlagenen Korrekturprozesses während des Temperns auf die mechanischen Eigenschaften des Verbundwerkstoffes näher betrachtet. Dabei wird berücksichtigt, dass zwei Einflussfaktoren vorliegen. Dies ist zum einen die Temperaturführung im Temperprozess und zum anderen die aufgebrachte Verformung selbst, die wie in Kapitel 4.2.1 beschrieben eine Verschiebung der Fasern im teilausgehärteten Laminat verursacht. Um den Einfluss unterschiedlicher Temperaturführungen auf den Matrixwerkstoff bewerten zu können, wird ein Zugversuch an Reinharzproben durchgeführt. Der Schritt zum Faserverbund erfolgt dann mit der Durchführung eines Schub-Zugversuches an Faserverbundproben, die nach den gleichen Temperprozessen ausgehärtet werden. Zusätzlich kommt hier noch ein Probensatz hinzu, dessen Zugproben während des Temperns durch Biegung plastisch verformt werden. Da davon ausgegangen wird, dass zum Zeitpunkt des Aufbringens der Verformung schon chemische Bindungen zwischen dem Finish der Fasern und der Epoxidmatrix existieren, wird ein negativer Einfluss auf das Faser-Matrix-Interface erwartet. Dies wird mithilfe eines Fiber Push-Out-Versuches näher untersucht. Das Ziel der Versuchsreihe ist es abschätzen zu können, an welcher Stelle Einbußen in Kauf genommen werden müssen, wenn es notwendig ist, die Geometrie eines Bauteiles zu korrigieren.

5.1 Die Auswirkungen der Temperaturführung im Temperprozess auf die mechanischen Kennwerte des Reinharzes

Das Ziel dieses Abschnittes ist die Erlangung der Fähigkeit zur Bewertung des Einflusses der Temperaturführung im Temperprozess auf die mechanischen Eigenschaften des reinen Matrixwerkstoffes. Insbesondere der Zeitpunkt des Überschreitens der aktuellen Glasübergangstemperatur im Aushärteprozess spielt hier eine Rolle. Dies geschieht hier bewusst losgelöst vom später zu untersuchenden, überlagerten Einfluss der Verformung.

Um dieses Ziel zu erreichen werden Zugversuche nach DIN EN ISO 527 [83] an Reinharzproben aus Huntsman LY564/Aradur 22962 durchgeführt. Vier Sätze unterschiedlich ausgehärteter Proben werden geprüft, um die Ergebnisse im Anschluss gegenüberzustellen.

5.1.1 Versuchsplan und Probenvorbereitung

Alle für diesen Zugversuch benötigten Probenkörper werden aus einer einzigen Reinharzplatte geschnitten. Die Fertigung der Probenplatte erfolgt auf Basis der Werte aus der Harzcharakterisierung in einem wassertemperierten, zweiseitigen Gießwerkzeug bei 90 °C und 25 Minuten Aushärtezeit. Die Möglichkeit zur aktiven Kühlung des Werkzeuges vereinfacht dabei die Einstellung des gewünschten Voraushärtezustandes. Nach dem Entformen wird die Platte zerteilt und die Teilstücke werden in einem Laborofen weiter getempert. Es wird Material aus derselben Reinharzplatte verwendet, die auch für die Probenfertigung der in Kapitel 4.1

beschriebenen DMA-Untersuchung genutzt wurde. Die folgende Tabelle enthält die Bezeichnung der Probensätze und den jeweiligen Temperprozess.

| Anzahl | Bezeichnung | Temperzustand | Bemerkung |
|--------|-------------|-------------------|--|
| 5 | TEN-unget | - | Nur Initial Cure |
| 6 | TEN-1K-130 | 1K/min, 130 °C 2h | T_g wird nicht überschritten |
| 5 | TEN-1K-150 | 1K/min, 150 °C 2h | T_g wird bei $T_{gmax} = 135$ °C überschritten |
| 5 | TEN-3K-150 | 3K/min, 150 °C 2h | T_g wird bei ca. 80 °C überschritten |

Tabelle 5.1: Übersicht über die Probensätze und deren Temperzustände für den Zugversuch am Reinharz

Ein Probensatz wird ungetempert im vorausgehärteten Zustand geprüft. Die hieraus resultierenden Versuchsergebnisse sind interessant mit Blick auf das Entformen und das Handling unvollständig ausgehärteter Faserverbundkomponenten.

Abbildung 5.1 veranschaulicht die Unterschiede zwischen den Temperaturführungen der drei weiter getemperten Probensätze.

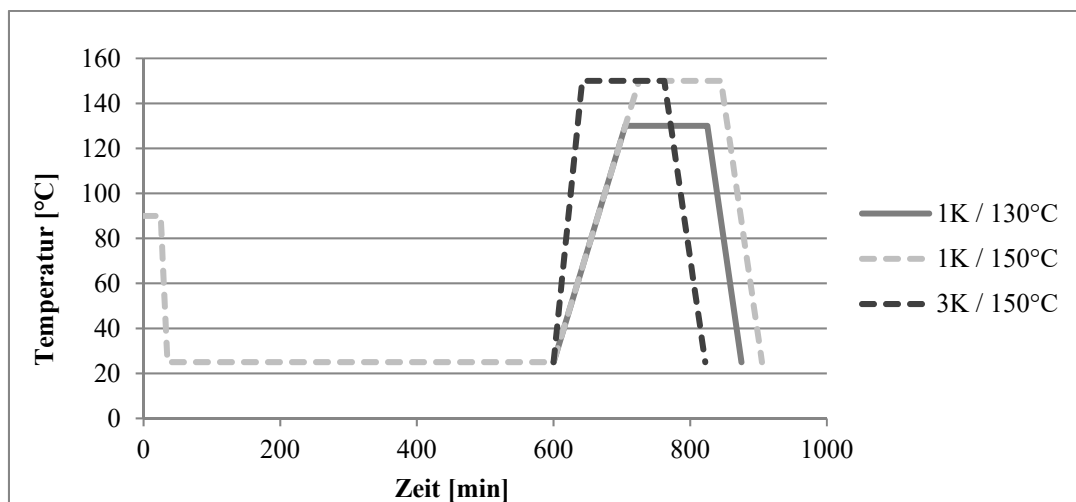


Abbildung 5.1: An den Zugproben angewandte Temperprozesse

Die Aufheizrate von 1K / min bewirkt, dass die aktuelle Glasübergangstemperatur während der Aufheizphase immer oberhalb der aktuellen Aushärtetemperatur liegt. Das bedeutet, beim Probensatz TEN-1K-130 mit einer Zieltemperatur von 130 °C wird die maximal erreichbare Glasübergangstemperatur von LY564 / Aradur 22962 von 135,3 °C nie überschritten. Im Falle des Probensatzes TEN-1K-150 geschieht dies mit dem Überschreiten von T_{gmax} bei weit fortgeschrittener Aushärtung. Beide Sätze haben gemein, dass die Aushärtung stark diffusionskontrolliert abläuft. Bei einer Heizrate von 3K / min wie sie für den Probensatz TEN-3K-150 verwendet wird, wird die aktuelle Glasübergangstemperatur der Reinharzproben schon relativ früh im Temperprozess bei ca. 80 °C überschritten. Die steile Heizrampe ist mit Blick auf die Geometriekorrektur notwendig, um möglichst früh ein Erweichen der Matrix herbeizuführen. Die Aushärtung erfolgt im gummielastischen Bereich bei erhöhter Molekülbeweglichkeit. Durch die Zieltemperatur von 150 °C erreichen die Proben den glasartigen Bereich erst wieder in der Abkühlphase. Komplexere Temperaturführungen mit

variierenden Heizraten und einem nur kurzzeitigen Überschreiten der aktuellen Glasübergangstemperatur sind für den Korrekturprozess denkbar. Eine Erweiterung des Probenumfangs in diese Richtung macht zu diesem Zeitpunkt ohne das Wissen um die grundlegenden Auswirkungen noch keinen Sinn. Die folgende Tabelle zeigt die mittels DSC-Analyse bestimmten Werte der Glasübergangstemperaturen der Probensätze.

| | | TEN-unget | TEN-1K-130 | TEN-1K-150 | TEN-3K-150 |
|---|-------------------|--------------|---------------|---------------|---------------|
| Glasübergangstemperatur [°C] (Midpoint nach DIN) | Probe 1 | 74,01 | 127,9 | 131,23 | 131,86 |
| | Probe 2 | 73,89 | 127,82 | 129,07 | 130,49 |
| | Probe 2 | 74,23 | 127,38 | 131,26 | 131,68 |
| | Mittelwert | 74,04 | 127,70 | 130,52 | 131,34 |

Tabelle 5.2: Glasübergangstemperaturen der im Reinharzzugversuch geprüften Probensätze ermittelt durch eine DSC-Analyse

Die hier aufgeführten Glasübergangstemperaturen der ungetemperten Proben sind geringfügig höher als die in Tabelle 4.1 aus derselben Probenplatte mittels dynamisch-mechanischer Analyse ermittelten. Dies ist zum einen auf die unterschiedlichen Messverfahren und zum anderen auf die Zeitspanne zwischen den beiden Versuchskampagnen zurückzuführen. Für die Auswertung spielt dies keine Rolle, da die Ergebnisse nur innerhalb der jeweiligen Versuchsreihe verglichen werden. Davon abgesehen liegt der Aushärtzustand des Ausgangsmaterials in einem für die Anwendung des Korrekturprozesses anzustrebenden Bereich. Die etwas geringere für den Probensatz TEN-1K-130 ermittelte Glasübergangstemperatur spiegelt sowohl die niedrigere absolute Aushärtetemperatur als auch die Aushärtung im glasartigen Bereich wider. Eine deutliche Verlängerung der Haltephase bei 130 °C würde dieses Defizit ausgleichen.

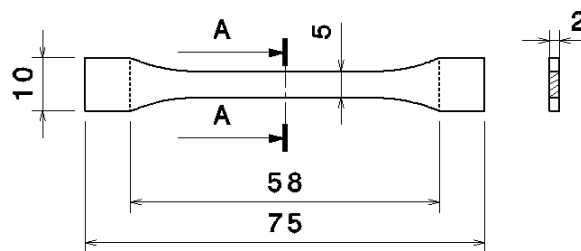


Abbildung 5.2: Probengeometrie 1BA nach DIN EN ISO 527-2 zur Prüfung von Reinharzen [84]

Um alle Zugproben aus demselben Ausgangsmaterial herstellen zu können, wird die oben gezeigte kompakte Probengeometrie 1BA nach DIN EN ISO 527-2 gewählt. Der Zuschnitt erfolgt mittels einer CNC-Fräse.

5.1.2 Durchführung des Zugversuches am Reinharz

Als Prüfmaschine kommt eine Zwick 1476 mit 5 kN Kraftaufnehmer zum Einsatz. Über diese werden die Prüfkraft und der Traversenweg erfasst. Zusätzlich werden alle Proben mit Dehnungsmessstreifen des Typs 1-XY11-1.5/350 von HBM versehen, um die Längs- und Querdehnung direkt zu messen. Die Befestigung dieser erfolgt mit HBM Z70 1K Cyanacrylatklebstoff. Sowohl der DMS-Typ als auch deren Befestigung lassen eine zuverlässige Messung bis ca. 2 % Dehnung zu. Darüber hinaus ist mit einem Ablösen der DMS vom Probenkörper zu rechnen. Die Bruchdehnungen werden daher über den Traversenweg nach der folgenden Formel berechnet. Ein Abgleich zwischen DMS-Daten und Traversenweg wird durchgeführt, um ein Rutschen der Proben in der Einspannung zu erkennen.

$$\varepsilon_t (\%) = 100 * \Delta L_A / L_A \quad 5.1$$

Dabei sind:

- ε_t nominelle Dehnung des Probenkörpers
- L_A Anfangsabstand der Klemmen in mm, hier 58mm
- ΔL_A Verlängerung des Abstandes in mm, hier Traversenweg

Der E-Modul wird der Norm entsprechend mithilfe von zwei Spannungswerten bei $\varepsilon_1=0,05$ % und $\varepsilon_2=0,25$ % bestimmt. Diese liegen noch im Bereich, der mit den DMS abgedeckt wird. Die Prüfgeschwindigkeit beträgt für alle Versuche 1mm / min. Eine Abbildung des mit Messtechnik ausgestatteten Versuchsaufbaus ist in Anhang DAnhang zu finden. Zusätzlich befinden sich dort auch alle Protokolle zu den durchgeführten Zugversuchen.

Alle Proben werden am selben Tag ohne Wechsel der Spannwerkzeuge, Prüfmaschine oder Datenerfassung geprüft. Die Proben wurden vor dem Versuch zusammen bei Normklima gelagert.

Laut Datenblatt ist mit folgenden mechanischen Eigenschaften zu rechnen:

| | |
|---------------------|-------------|
| Zugfestigkeit [MPa] | 75 - 80 |
| Bruchdehnung [%] | 3,5 - 8 |
| E-Modul [MPa] | 2800 – 3300 |

Tabelle 5.3: Reinharzkennwerte für LY564 / Aradur22962 laut Datenblatt [85]

Diese Werte wurden nach ISO 527 aus Probenmaterial ermittelt, das in einem zweistufigen Prozess zuerst 15 Minuten bei 120 °C und im Anschluss für zwei Stunden bei 150 °C ausgehärtet wurde.

5.1.3 Ergebnisse des Zugversuches am Reinharz

Das folgende Spannungs-Dehnungs-Diagramm zeigt als Zusammenfassung jeweils eine gemittelte Bruchkurve für jeden der vier Probensätze.

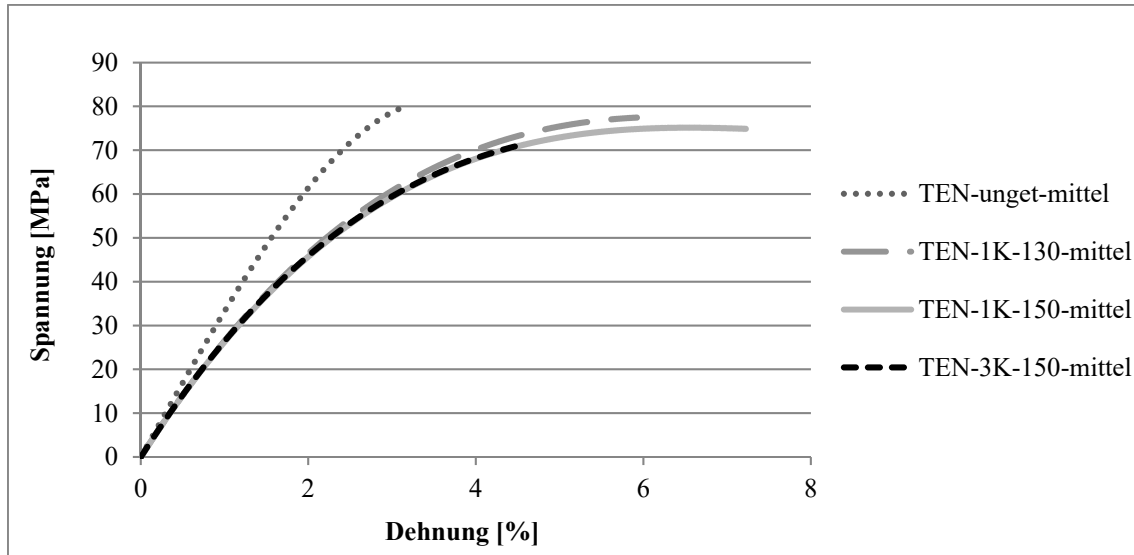


Abbildung 5.3: Spannungs-Dehnungs-Diagramm zu den für jeden Probensatz gemittelten Ergebnissen der Zugversuche an Reinharzproben

Der Knick im Spannungs-Dehnungs-Diagramm wird dadurch erklärt, dass der E-Modul bei Kunststoffen dehnungsabhängig ist. Das bedeutet, er nimmt mit zunehmender Dehnung ab. Daher wird zur Bestimmung des E-Moduls in diesem Fall der Bereich zwischen 0,05% und 0,25% Dehnung herangezogen [18] S. 94.

Die Kurven zeigen einen grundsätzlichen Unterschied im Materialverhalten zwischen den getemperten und den ungetemperten Proben. Die nach der Voraushärtung entnommenen Proben weisen ein deutlich weniger duktiles und steiferes Materialverhalten bei gleicher Festigkeit auf. Dieses Phänomen wird im folgenden Unterkapitel näher beleuchtet.

Eine Tabelle mit den Zahlenwerten die den Diagrammen zu Grunde liegen befindet sich in Anhang D.

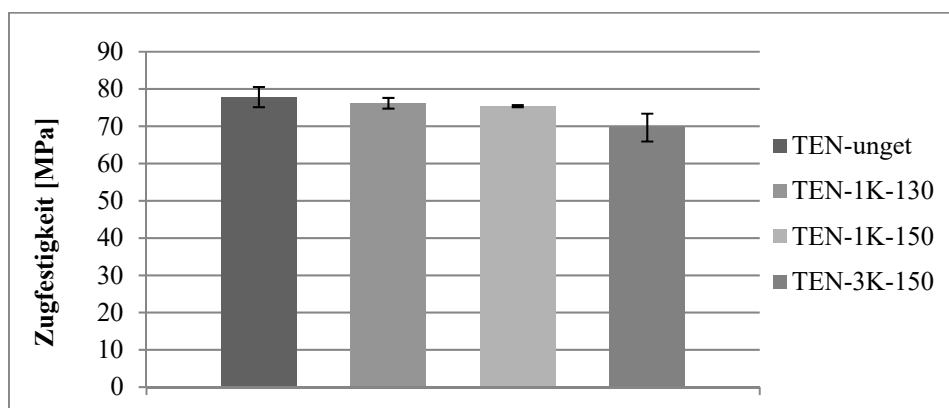


Abbildung 5.4: Vergleich der im Reinharzzugversuch ermittelten Festigkeiten

Interessant ist, dass die Zugfestigkeit des ungetemperten Probensatzes auf demselben Niveau liegt wie die der getemperten und vollständig ausgehärteten Sätze. Die Proben aus TEN-3K-150 weisen eine sowohl im Vergleich zu den restlichen Proben als auch im Vergleich zu den Datenblattwerten leicht geringere Zugfestigkeit auf. Diese geht mit einer geringfügig höheren Standardabweichung einher.

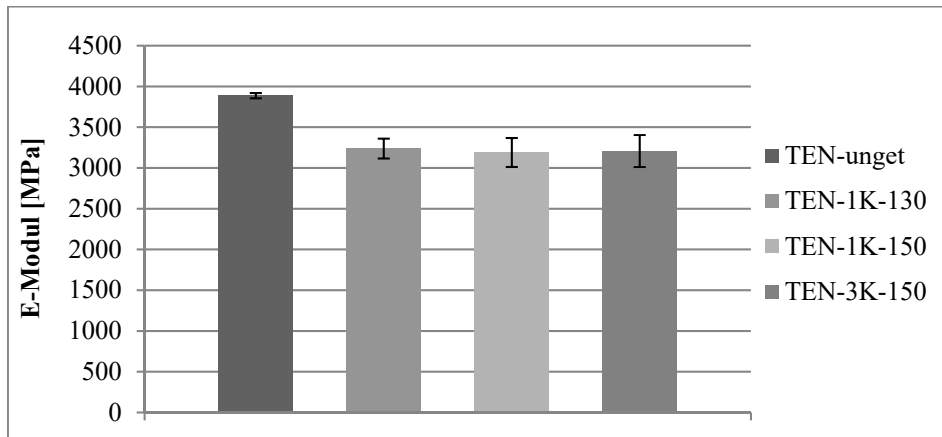


Abbildung 5.5: Vergleich der im Reinharzzugversuch ermittelten E-Moduln

Das Balkendiagramm zeigt einen deutlich erhöhten E-Modul mit einer geringen Standardabweichung für die ungetemperten Zugproben. Wie auch den gemittelten Bruchkurven zu entnehmen ist, besitzen alle getemperten Probensätze nahezu den gleichen E-Modul. Dieser liegt auch innerhalb des im Datenblatt vorgegebenen Bereichs. Die Unterschiede in der Standardabweichung zwischen diesen drei Probensätzen sind angesichts des Probenumfangs zu gering, um daraus etwas abzuleiten.

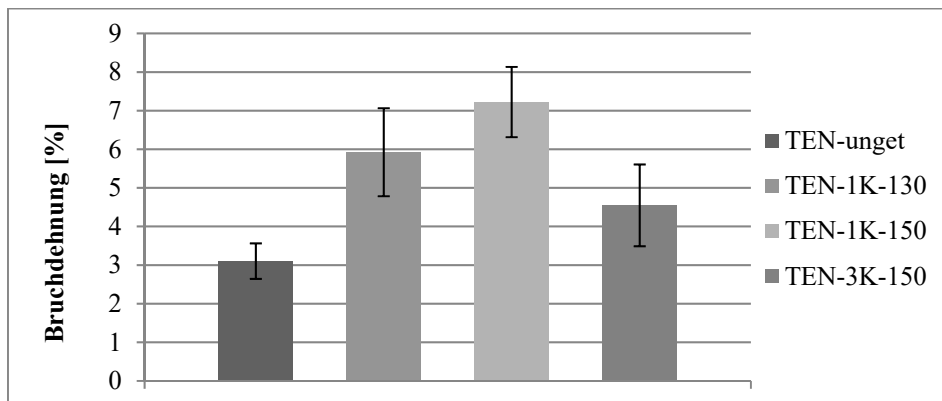


Abbildung 5.6: Vergleich der im Reinharzzugversuch ermittelten nominellen Bruchdehnungen

Das Datenblatt gibt mit 3,5 % - 8 % ein relativ großes Fenster für die Bruchdehnung vor. Die nur vorausgehärteten Proben weisen zwar die im Vergleich geringste Streuung auf, liegen aber mit knapp über 3 % außerhalb dieses Fensters. Zusammen mit dem sehr hohen E-Modul zeigt sich so für diesen Aushärtzustand ein sehr sprödes Materialverhalten.

Im Gegensatz zu Festigkeit und E-Modul zeigen sich bei der Bruchdehnung signifikante Unterschiede zwischen den drei getemperten Probensätzen. Die Streuung ist dabei jeweils in etwa

gleich. Interessant ist hier besonders der Unterschied von fast 3 % Dehnung zwischen den beiden bei 150 °C ausgehärteten Sätzen. Hieraus kann man ableiten, dass sich bei diesem Harzsystem nicht der Übergang in den gummielastischen Bereich an sich negativ auf die Bruchdehnung auswirkt, sondern der Zeitpunkt, wann dieser Übergang im Aushärteprozess stattfindet.

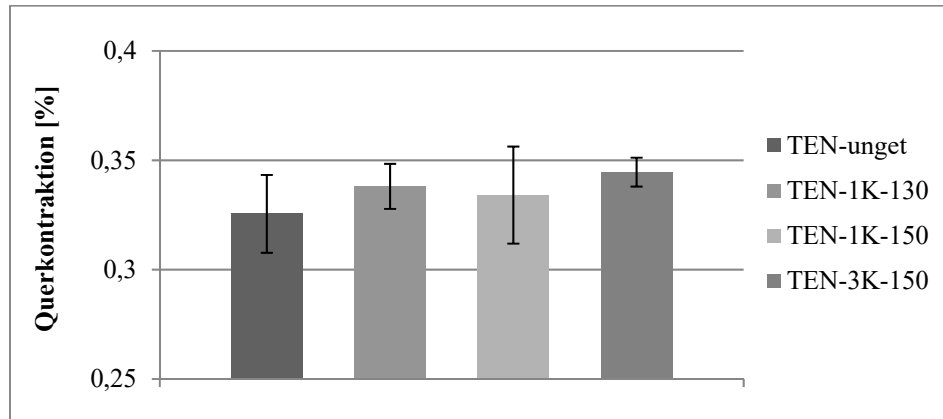


Abbildung 5.7: Vergleich der im Reinharz Zugversuch ermittelten Querkontraktionen

Die im obigen Diagramm gezeigten und mithilfe der Dehnungsmessstreifen ermittelten Querkontraktionen ergeben aufgrund der relativ geringen Unterschiede im Vergleich zu den ermittelten Standardabweichungen kein klares Bild in Bezug auf den Einfluss des Temperprozesses auf das Materialverhalten.

5.1.4 Diskussion der Ergebnisse des Zugversuches am Reinharz

Ein Vergleich der Ergebnisse der drei getemperten Probensätze zeigt, dass die Temperaturführung im Temperprozess am stärksten die Bruchdehnung dieses Epoxidharzes beeinflusst. Hier wird ein hoher Wert angestrebt, um widerstandsfähige Faserverbundbauteile herstellen zu können. Der laut Datenblatt maximal erreichbaren Bruchdehnung von 8 % kommt der Satz TEN-1K-150 am nächsten. Der Probensatz TEN-1K-130 weist bei gleicher Aufheizrate eine um 1,3 % geringere Bruchdehnung auf. Dies kann auf eine geringere Quervernetzung aufgrund der niedrigeren Aushärtetemperatur zurückzuführen sein, welche auch die niedrigere Glasübergangstemperatur erklärt. Findet das Überschreiten der Glasübergangstemperatur also nahe der maximal erreichbaren Glasübergangstemperatur statt, so hat dies keinen negativen Einfluss auf Festigkeit und Steifigkeit, aber einen deutlichen positiven Einfluss auf die Bruchdehnung. Betrachtet man den mit einer steileren Heizrampe getemperten Satz TEN-3K-150, so zeigt dieser eine um 5-6 MPa geringere Festigkeit bei gleichzeitig höherer Standardabweichung. Darüber hinaus weist er mit 4,6 % die geringste Bruchdehnung unter den getemperten Probensätzen auf. Der Vergleich mit TEN-1K-150 zeigt, dass die Aushärtetemperatur von 150 °C, die deutlich über $T_{gmax}=135,3$ °C liegt, nicht der Grund für die Einbußen sein kann. Vielmehr scheinen sich der frühe Übergang in den gummielastischen Bereich und das Verweilen in diesem bis zum Abkühlen deutlich negativ auf die mechanischen Eigenschaften auszuwirken. Harsch [29] S. 85 zieht dazu aus Dehnungsmessungen an EP-Harzproben während des zweiten Härtungsschrittes mit Heizrampen von 0,3 K/min bis 2,1 K/min den Schluss, dass ein sehr schneller Temperaturanstieg Exothermieeffekte und eine inhomogene Vernetzung begünstigt. Zur Bestimmung der

Eigenspannungen, die aus einer solchen inhomogenen Vernetzung resultieren, schlagen Gotro und Prime [22] S. 46 eine thermisch-mechanische Analyse mit zwei Durchgängen vor. Im ersten Durchgang wird die Reinharzprobe knapp über ihre Glasübergangstemperatur erwärmt um die Eigenspannungen zu lösen, dabei wird die Wärmedehnung gemessen. In einem zweiten Durchgang wird dann die Wärmedehnung nochmals bestimmt. Die resultierende Differenz entspricht den gelösten Eigenspannungen. Mit Blick auf den Korrekturprozess ist es erstrebenswert, die aktuelle Glasübergangstemperatur aufgrund des höheren Verformungspotenziales früh im Aushärteprozess zu überschreiten. Nach dem Aufbringen der Verformung erscheint es aber sinnvoll, die Heizrate wieder zu reduzieren, um die weitere Aushärtung wieder im glasartigen Bereich stattfinden zu lassen. Die Nutzung der in Kapitel 3.2.1 vorgestellten dielektrischen Messtechnik erlaubt ein Detektieren der Übergänge zwischen den Materialzuständen und damit auch eine Umsetzung komplexerer Temperprozesse.

Neben dem Einfluss der Temperaturführung auf die Bruchdehnung sind besonders die mechanischen Eigenschaften des ungetemperten Probensatzes im Vergleich zu den getemperten auffällig. So ist es für ein Epoxidharz ungewöhnlich, dass das unvollständig ausgehärtete Material dieselbe Festigkeit und eine höhere Steifigkeit aufweist als die vollständig ausgehärteten Proben. Wolfahrt et al. [86] haben bei ihren Untersuchungen DMA-Torsionsversuche an teilausgehärteten Epoxidharzproben zwischen 68 % und 100 % Aushärtegrad nach DSC durchgeführt. Hier wurde keine Abhängigkeit des Schubmoduls vom Härungsumsatz festgestellt.

Ehrenstein zeigt das Phänomen eines maximalen E-Moduls bei unvollständiger Aushärtung nur für ungesättigte Polyesterharze [14] S. 87. Am Beispiel des Epoxidharzes Araldit D zeigt er dagegen das erwartete Verhalten, nämlich dass E-Modul und Zugfestigkeit über den Aushärtegrad ansteigen und die Bruchdehnung abnimmt [32] 155f. Harsch zeigt den Abfall des E-Moduls eines gefüllten Epoxidharzes von 85 % Umsatz bis zur vollständigen Aushärtung in einem auf Messdaten basierenden Diagramm [29] S. 100. Adamow [87] beschreibt ein sehr ähnliches Verhalten für Epoxidharze mit einem signifikanten Überschuss an Epoxidgruppen. Die dort getroffene Annahme, dass der höhere E-Modul mit der höheren Dichte solcher Harzformulierungen zusammenhängt, ist im vorliegenden Fall aber nicht ohne Weiteres zulässig.

Um einen grundlegenden Mess- oder Auswertungsfehler auszuschließen, werden zuerst Mikroskopaufnahmen der Bruchflächen angefertigt.

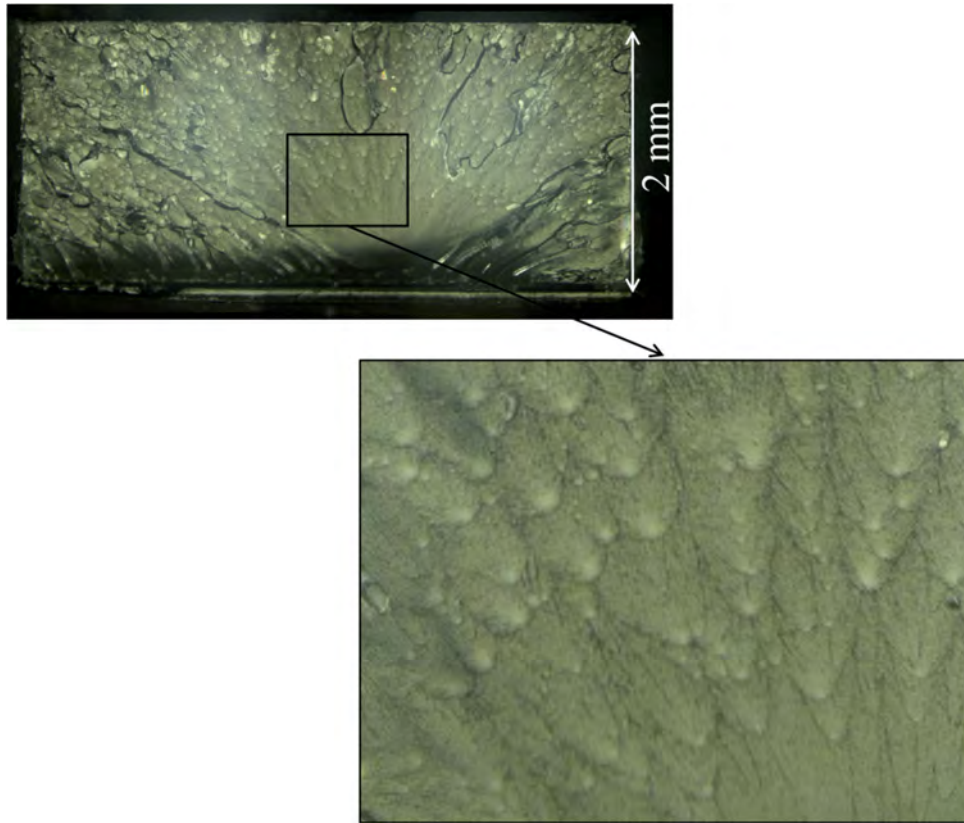


Abbildung 5.8: Mikroskopaufnahme der Bruchfläche einer Reinharzprobe aus dem Satz TEN-ungetempert

Diese Aufnahme zeigt die Bruchfläche des Normalspannungsbruchs einer ungetemperten Probe. Die Grundlagen zur Fraktografie an Kunststoffen sind in VDI 3822 [88] beschrieben. Die obige Abbildung zeigt gut voneinander abgrenzbare Bruchparabeln, die sich in Rissfortschrittsrichtung öffnen. Die weißen Punkte sind jeweils lokale Spannungsüberhöhungen, die neue Bruchparabeln verursachen. Ehrenstein beschreibt dieses spröde Bruchverhalten für Epoxidharz bei -170 °C [89] S. 206.

Die folgende Abbildung zeigt als Vergleich dazu die Bruchfläche einer Probe aus dem Satz TEN-1K-150.

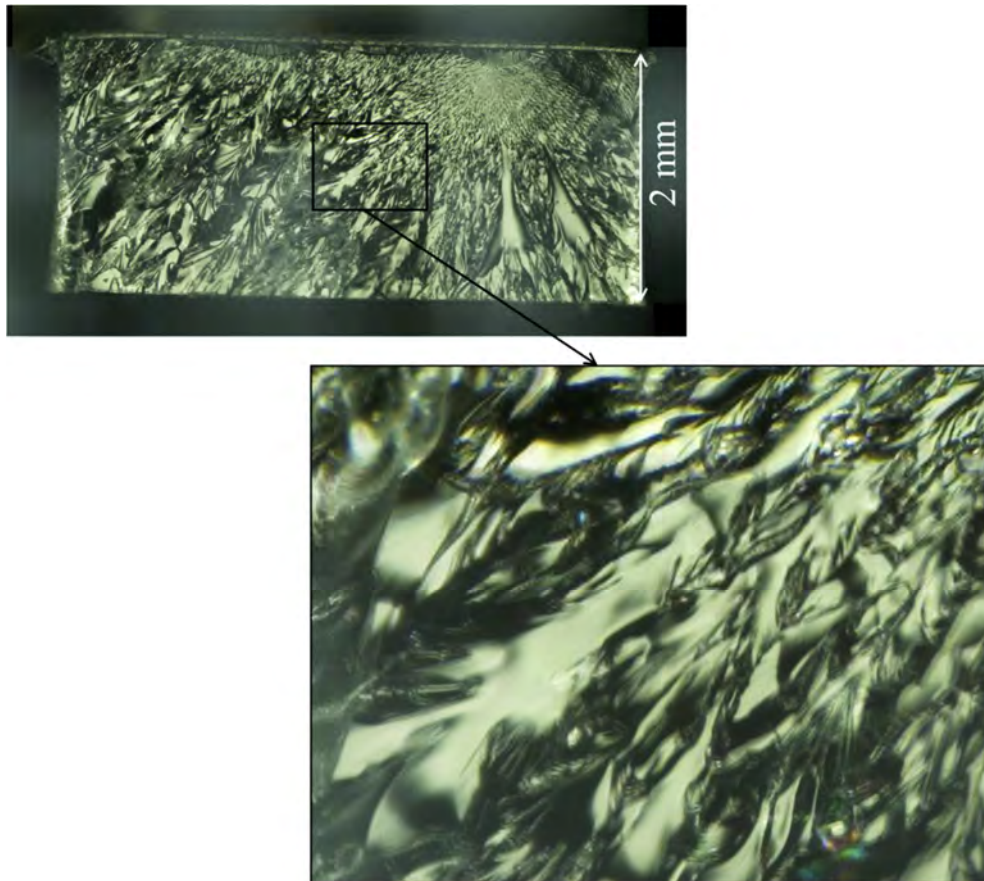


Abbildung 5.9: Mikroskopaufnahme der Bruchfläche einer Reinharzprobe aus dem Satz TEN-1K-150

Hier zeigen sich keine abgegrenzten Bruchparabeln und die Geometrie der Bruchfläche ist deutlich komplexer. Der deutliche Unterschied zwischen den beiden Aufnahmen deckt sich mit der Erkenntnis von Chekanov et al. [90], dass das Bruchbild vom vorliegenden Umsatz und dem Potenzial zur Relaxation abhängig ist. D’Almeida et al. [91] zeigen, dass das Vorhandensein einer größeren Menge unreaktierter Epoxidgruppen, wie es im teilausgehärteten Zustand der Fall ist, zu einem sehr spröden Materialverhalten führt. Ein Vergleich der Aufnahme in Abbildung 5.9 ergibt eine Ähnlichkeit zum Normalspannungsbruchbild von vollständig ausgehärtetem Hexcel RTM6 [92] und zu Epoxidharz, welches zur Erhöhung der Bruchdehnung mit Nanopartikeln modifiziert wurde [93]. Die Mikroskopaufnahmen stützen also die Plausibilität der Ergebnisse des Zugversuches.

Eine Ursache für die hohen mechanischen Kennwerte bei niedrigem Umsatz kann darin liegen, dass die primären Amingruppen des Härters Aradur 22962 tendenziell schneller reagieren als die sekundären Amingruppen. Dies kann dazu führen, dass die Bildung längerer Molekülketten zu einem frühen Zeitpunkt der Aushärtung im Vergleich zur Quervernetzung dominiert. Diese langen, relativ schwach quervernetzten Molekülketten könnten die hohe Festigkeit bei der gleichzeitig geringen thermischen Belastbarkeit erklären. Eine Infrarotspektroskopie, wie von Gonzáles et al. [94] beschrieben, kann genutzt werden, um diese Theorie zu überprüfen. Hierfür müssten verschiedene, durch unterschiedliche Prozessführungen unvollständig ausgehärtete Reinharzproben untersucht und verglichen werden. Eine Bestimmung des Epoxid-Equivalentgewichts durch Titration [95] ist im vorliegenden Fall schwierig, da der Aushärtezustand der untersuchten Proben im nicht mehr löslichen Bereich liegt. Es wird vermutet,

dass auch die deutlich höhere Bruchdehnung der vollständig ausgehärteten Proben mit dem Grad der Quervernetzung zusammenhängt. Im Vorfeld vorhandene Imperfektionen und lastbedingte lokale Anrisse führen in einem engmaschigen Netzwerk später zum Gesamtversagen der Probe, da Spannungsspitzen eher durch benachbarte Verbindungen abgefangen werden können. Der Vergleich der Netzwerkdichte stellt hier eine Möglichkeit dar, das Phänomen genauer zu untersuchen. Strehmel [96] legt sowohl die unterschiedlichen Verfahren zur Bestimmung der Netzwerkdichte von Epoxidharzen als auch die Grenzen des Messverfahrens dar.

Der geringere Elastizitätsmodul aller vollständig ausgehärteten Proben im Vergleich zur ungetemperten Probe ist möglicherweise auf den im LY465 enthaltenen Reaktivverdünner 1,4-Butandiol-diglycidylether und dessen unterschiedlich ausgeprägte Einbindung in das Polymernetzwerk zurückzuführen. Strehmel [96] zählt diesen zu den flexiblen Bisepoxiden und auch bei Hodgkin [75] wird eine Minderung der thermischen und mechanischen Eigenschaften des Grundmaterials unter Zusatz von 1,4-Butandiol-diglycidylether erwähnt. Eine Wiederholung der Versuchsreihe mit Proben aus reinem Epoxidharz ohne Zusatz von Reaktivverdünner kann hier Aufschluss über dessen Anteil an der Herabsetzung des E-Moduls mit zunehmendem Aushärtegrad geben.

Mit Blick auf einen zweistufigen Aushärteprozess mit einem Tempersschritt außerhalb des Formwerkzeuges ist besonders die niedrige Bruchdehnung des ungetemperten Harzes von Bedeutung. Hier muss durch das Formwerkzeug oder zusätzliche Hilfsmittel die Möglichkeit vorgesehen werden, auch komplexe Bauteile ohne starke Verformungen aus dem Werkzeug zu lösen. Inwieweit die Ergebnisse aus diesem Versuch auf den Verbundwerkstoff übertragen werden können, wird im folgenden Kapitel beleuchtet.

5.2 Überprüfen der Auswirkungen auf den Verbundwerkstoff mithilfe eines Schub-Zugversuches

Das Ziel dieses Versuches ist es herauszufinden, inwieweit sich die Beeinträchtigungen der Reinharzeigenschaften durch die unterschiedlichen Temperprozesse auch auf den Verbundwerkstoff auswirken. Aus diesem Grund wird bewusst ein Schub-Zugversuch nach DIN EN ISO 14129 [97] gewählt, dessen zu bestimmende Kenngrößen Schubfestigkeit und Schubmodul von den Matrixeigenschaften dominiert werden. Mit dem Schritt hin zum Verbundwerkstoff kommt zum Einfluss der Temperaturführung noch der Einfluss der Verschiebung der Faser im Werkstoff während der Verformung hinzu. Dieser wird dadurch berücksichtigt, dass zu den bekannten Probensätzen ein weiterer hinzugefügt wird, dessen Proben während des Temperns eine plastische Verformung erfahren.

Der gewählte Schub-Zugversuch ist nur bedingt zur Erzeugung von Kennwerten geeignet, die später für Berechnungen genutzt werden sollen. Insbesondere die Überlagerung von Normal- und Schubspannungen und das Verfahren zur Bestimmung der Schubfestigkeit sind problematisch. Zur Kennwertermittlung besser geeignet ist hier der Versuch nach Iosipescu, beschrieben in ASTM D 5379 [98].

5.2.1 Versuchsplanung

Die folgende Tabelle beinhaltet die für den Schub-Zugversuch vorgesehenen Probensätze, die Probenanzahl und die dazugehörigen Aushärteprozesse.

| Anzahl | Bezeichnung | Ausgangs- geometrie | Temperzustand | Bemerkung |
|--------|--------------|------------------------|------------------|-------------------------------------|
| 7 | SHE_unget | eben | ungetempert | - |
| 7 | SHE_1K_130 | eben | 1K/min, 130°C 2h | Tg wird nicht überschritten |
| 7 | SHE_1K_150 | eben | 1K/min, 150°C 2h | Tg wird bei 135,3 °C überschritten, |
| 7 | SHE_3K_150 | eben | 3K/min, 150°C 2h | Tg wird bei ca. 80 °C überschritten |
| 7 | SHE_3K_150_G | gekrümmt | 3K/min, 150°C 2h | Tg wird bei ca. 80 °C überschritten |

Tabelle 5.4: Übersicht über die Probensätze und deren Temperzustände für den Schubzugversuch am GFK

Die ersten vier Probensätze werden genauso getempert, wie es schon aus den Reinharz-Zugversuchen bekannt ist. Das Ausgangsmaterial des fünften Probensatzes SHE_3K_150_G wird mit einer definierten Krümmung vorausgehärtet und durch plastische Verformung im Temperprozess in ebene Proben umgeformt. Auch in diesem Versuch wird ein Satz mit ungetemperten Proben geprüft. Dies dient vor allem der Absicherung der Ergebnisse aus dem Reinharz-Zugversuch hinsichtlich des ungewöhnlich hohen E-Moduls. Dieser müsste sich auch auf den Schubmodul der faserverstärkten Proben auswirken.

Als Zugprüfmaschine kommt eine Instron 5567 mit einem 30 kN Kraftaufnehmer zum Einsatz. Die Prüfgeschwindigkeit beträgt 2 mm/min. Die Erfassung von Längs- und Querdehnungen erfolgt über Dehnungsmessstreifen des Typs 1-XY11-6/350 von HBM, die mit dem Klebstoff Z70 verklebt werden. Zur Absicherung der Ergebnisse aus hohen Dehnungsbereichen wird zusätzlich ein Laserextensometer genutzt. Eine Abbildung des Versuchsaufbaus während der Durchführung ist in Anhang E zu finden.

Mithilfe der erfassten Dehnungen wird die Schubverformung γ_{12} nach folgender Gleichung berechnet:

$$\gamma_{12} = \varepsilon_x - \varepsilon_y \quad 5.2$$

Dabei sind:

ε_x = Dehnung quer zur Zugrichtung

ε_y = Dehnung parallel zur Zugrichtung

Laut DIN EN ISO 14129 wird die Schubfestigkeit über die Zugkraft bei einer Schubverformung von $\gamma_{12} = 5\%$ bestimmt, wenn vorher kein Materialversagen auftritt. Die Schubspannung in der Laminebene τ_{12} wird nach folgender Gleichung berechnet:

$$\tau_{12} = \frac{F}{2bh} \quad 5.3$$

Dabei sind:

F = Zugkraft

b = Breite des Probekörpers

h = Dicke des Probekörpers

Der Schubmodul in der Laminebene G_{12} berechnet sich wie folgt:

$$G_{12} = \frac{\tau''_{12} - \tau'_{12}}{\gamma''_{12} - \gamma'_{12}} \quad 5.4$$

Dabei sind:

τ'_{12} = Die Schubspannung bei einer Schubverformung von $\gamma'_{12} = 0,1 \%$

τ''_{12} = Die Schubspannung bei einer Schubverformung von $\gamma''_{12} = 0,5 \%$

5.2.2 Herstellung der Proben

Das Probenmaterial wird im SLI-Verfahren aus LY564 / Aradur 22962 und dem Glasfasergewebe Interglas 92626 [99] gefertigt. Es werden acht Gewebelagen mit einer nominellen Einzellagendicke von 0,25 mm im Lagenaufbau $[45^\circ/135^\circ]_{4s}$ genutzt. Die Voraushärtung erfolgt für alle Probensätze wie bei den in Kapitel 4.3 genutzten faserverstärkten Biegeproben bei 60°C über einen Zeitraum von 40 Minuten. Die folgende Abbildung zeigt die in der Norm definierte Probengeometrie.

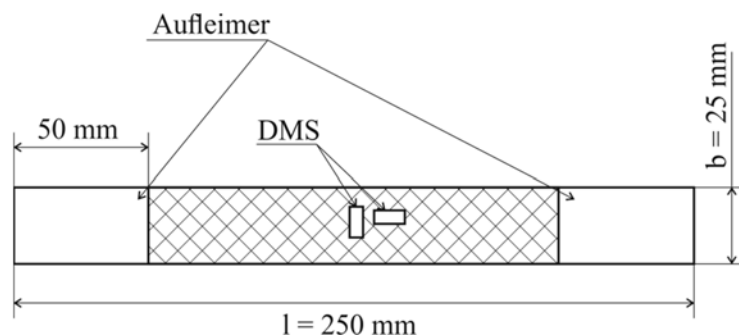


Abbildung 5.10: Geometrie der Probekörper für den Schub-Zugversuch nach DIN EN ISO 14129 [97]

Die Aufleimer zur Verbesserung der Einspannung und Lasteinleitung werden aus GFK gefertigt und mit 3M Scotch-Weld 9323 B/A [100] verklebt. Die Aushärtung muss bei Raumtemperatur

erfolgen, um den jeweiligen Temperzustand nicht zu beeinflussen. Das Probenmaterial des Satzes SHE_3K_150_G wird im Gegensatz zu den anderen Probenplatten nicht auf einem ebenen Werkzeug, sondern in einer einfach gekrümmten Form gefertigt. Drei dieser gekrümmten Einzelproben wurden nach dem in Kapitel 4.3.3 beschriebenen Verfahren vermessen, um den Krümmungsradius nach der Fertigung zu ermitteln. Abbildung 5.11 zeigt das Ergebnis dieser Vermessung.

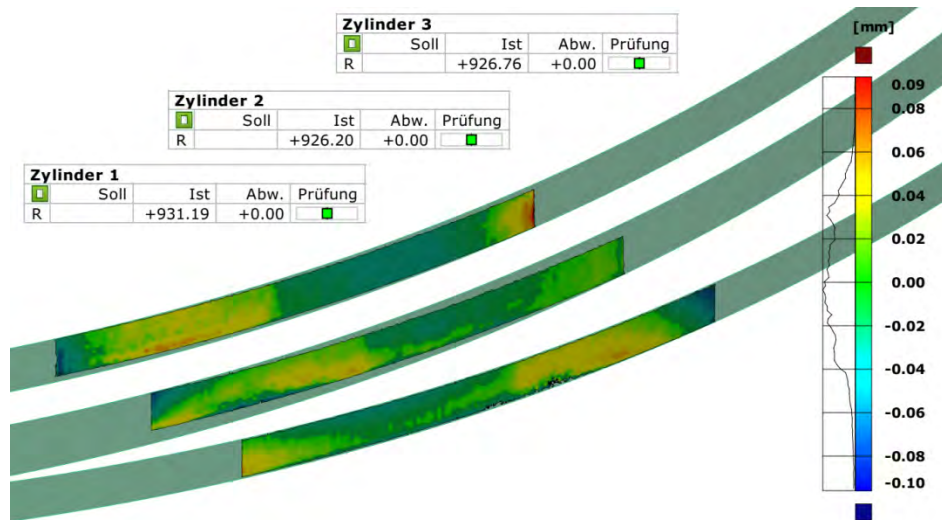


Abbildung 5.11: Ergebnis der optischen Vermessung der gekrümmten Proben für den Schub-Zugversuch

Der gemittelte Außenradius beträgt 928,3 mm. Bei einer Materialstärke von 2 mm entspricht die Rückverformung nach Gleichung 6.4 damit einer Randfaserdehnung von 0,11 %. Dieser Wert wird gewählt, da plastische Verformungen in dieser Größenordnung relevant für den Korrekturprozess sind. Ein rein bidiagonal aufgebautes Laminat besitzt, wie in Kapitel 4.3.2 gezeigt, eigentlich ein deutlich höheres Verformungspotenzial. Die Vorversuche zeigen außerdem, dass bei diesem Lagenaufbau und dieser Verformung nicht mit einem nennenswerten Rückfedern gerechnet werden muss. Die Proben werden daher mithilfe eines ebenen Werkzeuges und eines Vakuumaufbaus im Temperprozess umgeformt. Um einer stark ungleichen Temperaturverteilung und damit einer inhomogenen Aushärtung vorzubeugen, wird eine thermische Isolationsschicht zwischen Werkzeug und Probenmaterial vorgesehen. Alle Temperprozesse finden in einem Laborofen statt. Die folgende Abbildung zeigt exemplarisch die Abweichungen der umgeformten Proben von einer ebenen Referenzfläche.

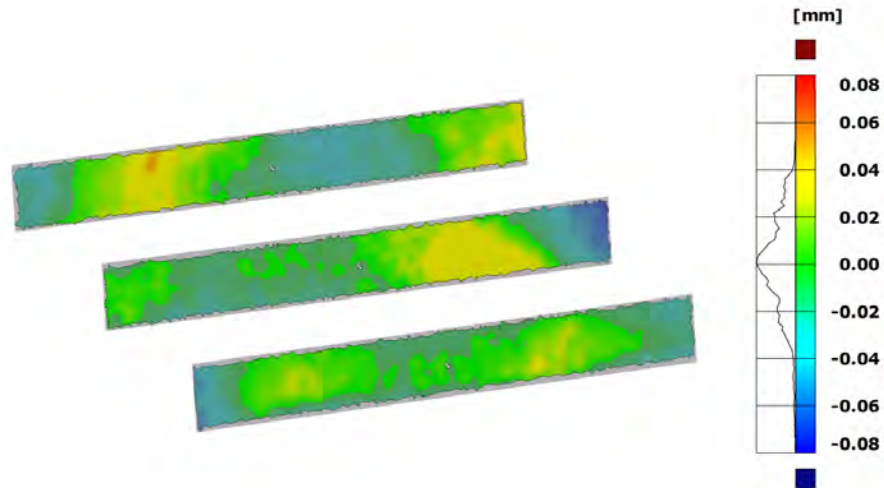


Abbildung 5.12: Ergebnis der optischen Vermessung der umgeformten Proben für den Schub-Zugversuch

Die Abweichungen liegen deutlich unter einem Zehntelmillimeter und es ist keine Restkrümmung mehr zu erkennen.

Das folgende Diagramm zeigt beispielhaft die während des Temperprozesses der Proben erfassten Messdaten jeweils für einen Prozess mit steiler und mit flacher Heizrampe. Die beiden gepunkteten, senkrechten Linien markieren jeweils das Überschreiten der aktuellen Glasübergangstemperatur. Ein Vergleich der Leitfähigkeitsverläufe zeigt, warum die Definition eines festen Schwellwertes zur automatisierten Detektion des Erweichens nicht ausreichen würde.

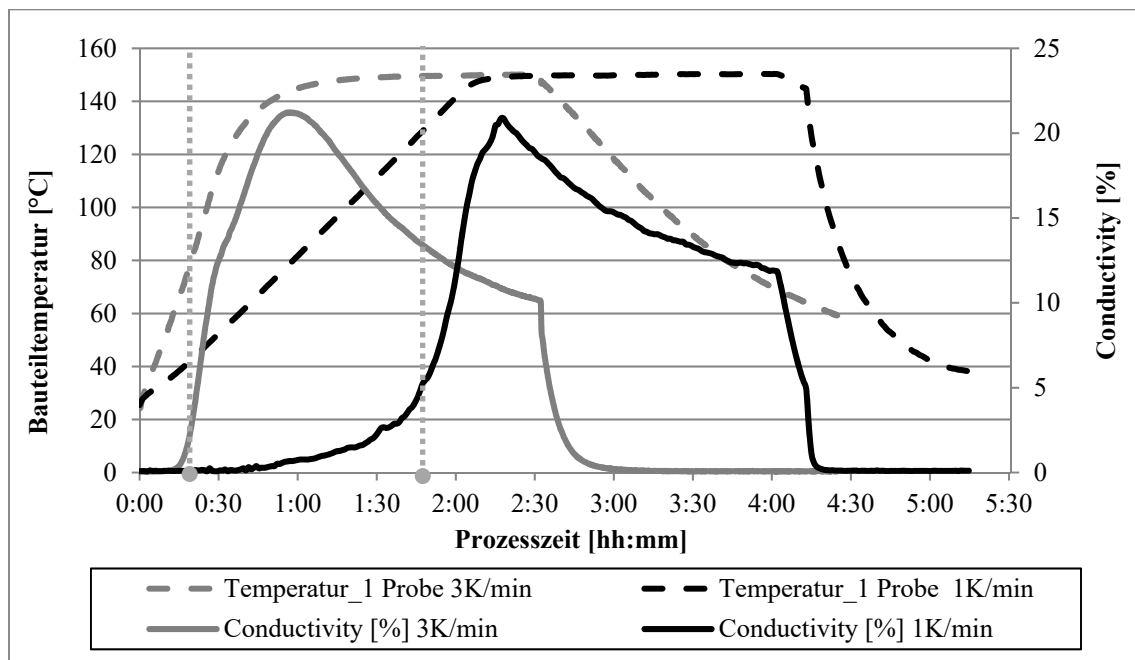


Abbildung 5.13: Gegenüberstellung der während des Temperprozesses erfassten Messdaten für einen Prozess mit einer Heizrate von 3 K/min und einen mit 1 K/min

Darüber hinaus kann man erkennen, dass die Beweglichkeit der Ladungsträger auch bei einer Heizrampe von nur 1 K/min mit der Annäherung an die maximal erreichbare Glasübergangstemperatur zunimmt.

5.2.3 Ergebnisse des Schub-Zugversuches

Eine Tabelle mit den gemittelten Ergebnissen je Probensatz und den dazugehörigen Standardabweichungen ist in Anhang E angefügt. Diese Werte bilden die Grundlage für die folgenden grafischen Auswertungen. Darüber hinaus sind dort auch die Prüfprotokolle hinterlegt. Das folgende Diagramm zeigt die Schubspannungsverläufe der Probensätze jeweils am Beispiel einer repräsentativen Probe.

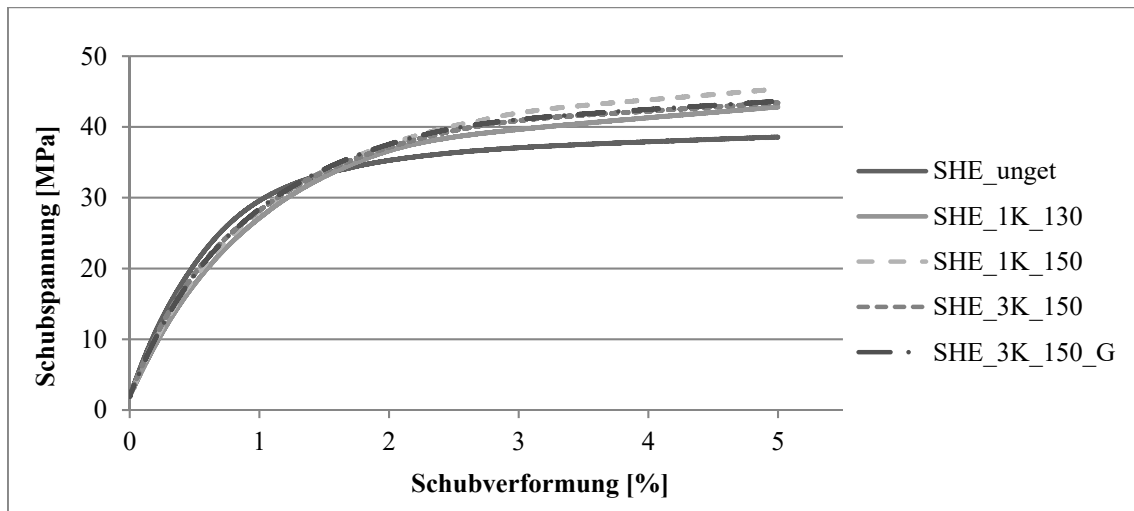


Abbildung 5.14: Exemplarische Schubspannungsverläufe der GFK-Probensätze bis $\gamma=5\%$

Über den gesamten Bereich der erfassten Schubverformungen sind keine signifikanten Unterschiede im Schubspannungsverlauf zwischen den getemperten Probensätzen einschließlich des Satzes SHE_3K_150_G erkennbar. Im Vergleich zu diesen ist der Anstieg der Schubspannung des Probensatzes SHE_unget im niedrigen Dehnungsbereich höher. Danach verläuft diese parallel zu den anderen Probensätzen, allerdings auf einem niedrigeren Niveau.

Laut Norm wird die Schubfestigkeit bei 5% Schubverformung bestimmt, falls davor kein Versagen der Probe auftritt.

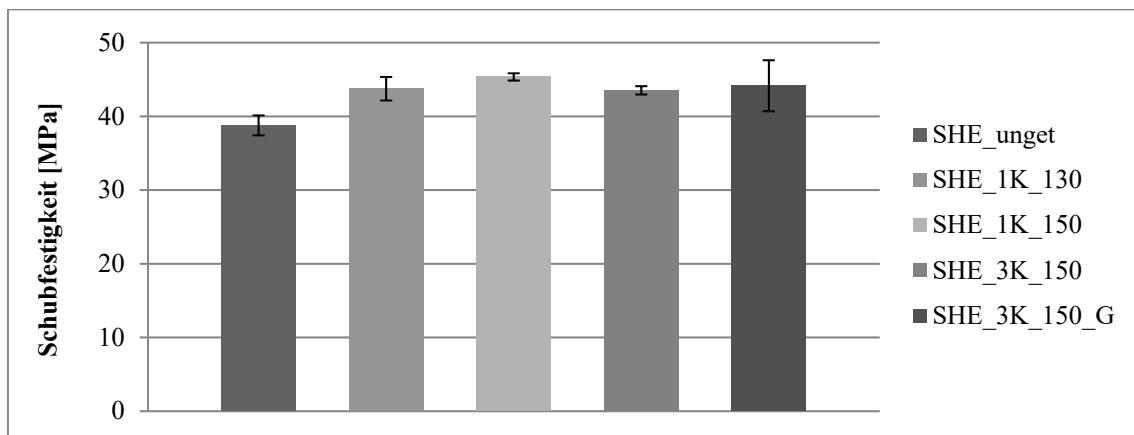


Abbildung 5.15: Mittlere Schubfestigkeit der GFK-Probensätze bei $\gamma=5\%$

Die sehr geringe Bruchdehnung des ungetemperten, nicht vollständig vernetzten Matrixmaterials des Probensatzes SHE_unget verursacht ein Überschreiten des elastischen Bereiches bei einer vergleichsweise geringen Schubverformung. Abbildung 5.14 zeigt den Übergang im Schubspannungsverlauf der ungetemperten Proben bei etwa 1 % Schubverformung. Dies führt dazu, dass im weiteren Verlauf bei 5 % Verformung eine Schubfestigkeit erreicht wird, die unter der der anderen geprüften Probensätze liegt. Die im Reinharzzugversuch ermittelte hohe Bruchdehnung, der mit 1 K/min bis 150 °C getemperten Proben, schlägt sich auch in den hier gemessenen Daten nieder. Diese Proben erreichen die höchste mittlere Schubfestigkeit bei einer sehr geringen Streuung. Im direkten Vergleich der beiden mit 3 K/min bis 150 °C getemperten Probensätze fällt die deutlich höhere Standardabweichung der Schubfestigkeit der im Temperprozess verformten Proben auf. Das folgende Diagramm zeigt die Schubspannungen bei einer Schubverformung von 1%.

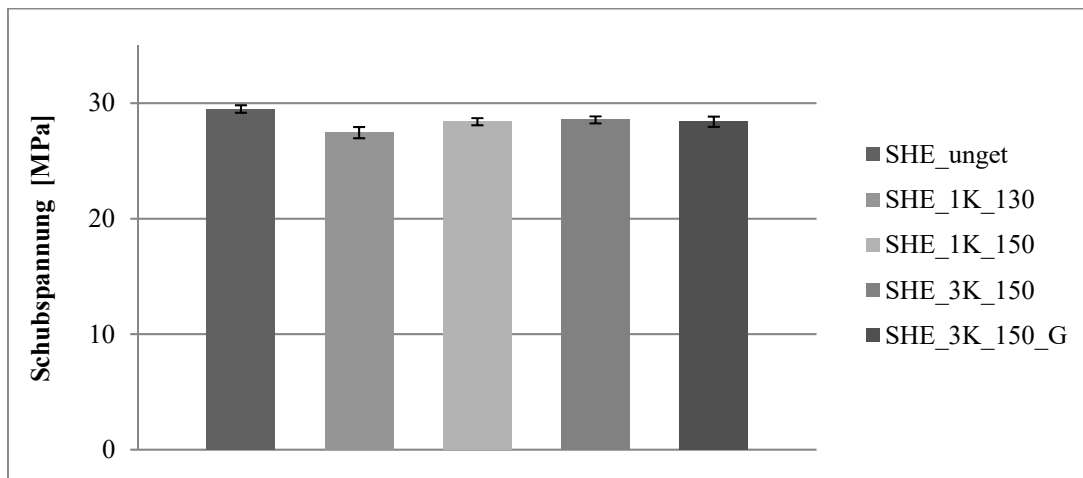


Abbildung 5.16: Mittlere Schubspannungen der GFK-Probensätze bei $\gamma=1\%$

Im näherungsweise linearen Teil bis 1% Schubverformung zeigt sich, dass die Proben des Satzes SHE_1K_130 die geringste Schubfestigkeit aufweisen. Die ungetemperten Proben haben dagegen die höchste. Zwischen den beiden bis 150°C getemperten und den während des Temperns umgeformten Proben ist hier kein signifikanter Unterschied zu erkennen.

Die Ergebnisse des obigen Diagrammes spiegeln sich auch im Schubmodul wider, welcher der Norm folgend im Schubverformungsbereich von 0,1 % bis 0,5 % ermittelt wird.

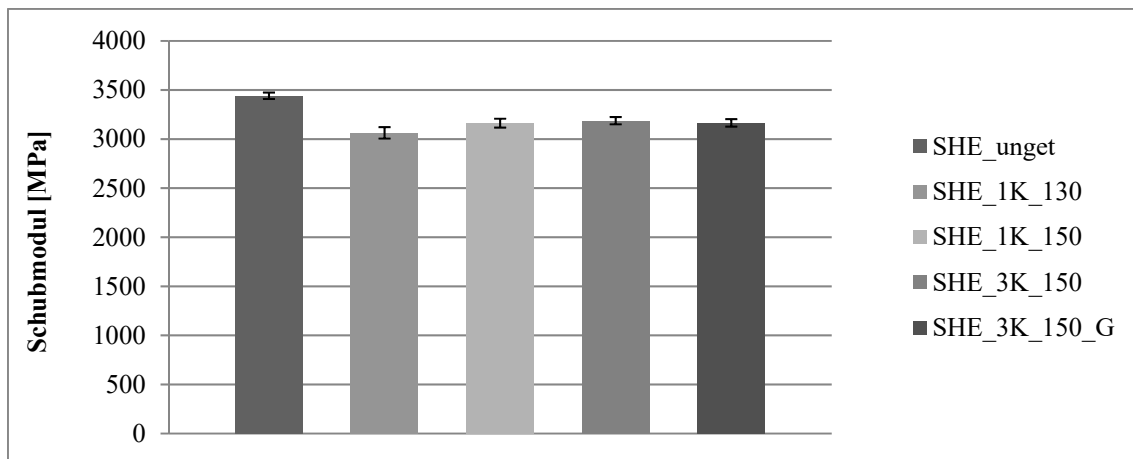


Abbildung 5.17: Mittlerer Schubmodul der GFK-Probensätze, ermittelt zwischen 0,1 % und 0,5 % Schubverformung

5.2.4 Diskussion der Ergebnisse des Schub-Zugversuches

Die Ergebnisse des Schub-Zugversuches bestätigen die auffälligen Werte der ungetemperten Proben aus dem Zugversuch am Reinharz. Der hohe E-Modul des ungetemperten, nicht vollständig vernetzten Harzes wirkt sich auch auf die Kennwerte des Laminates aus. So ist der Schubmodul deutlich höher als der der restlichen getemperten Proben. Die niedrige Bruchdehnung des ungetemperten Matrixwerkstoffes führt zu einer frühen Schädigung und damit zu einem frühen Übergang von elastischer zu plastischer Dehnung. Eine direkte Folge davon ist die geringere Schubfestigkeit dieser Proben bei $\gamma=5\%$. Im näherungsweise elastischen Teil bis 1 % Schubverformung ist die Schubspannung genauso hoch wie bei den getemperten Proben. Mit Blick auf das Entformen und das Handling teilausgehärteter Faserverbundbauteile nach dem ersten Prozessschritt lässt sich ableiten, dass Lagerung und Transport aufgrund der relativ hohen Schubfestigkeit bei geringer Verformung unproblematisch sein sollten. Der frühere Übergang in die plastische Verformung und die damit einhergehende Schädigung des Materials erfordern aber besondere Sorgfalt und gegebenenfalls zusätzliche Strategien und Werkzeuge bei der Entformung.

Bei einer Schubverformung von 5 % ist eine erhöhte Standardabweichung der Schubfestigkeit der im Temperprozess verformten Proben auffällig. Dies gilt besonders im Vergleich zu den im gleichen Prozess getemperten, aber unverformten Proben. Hier liegt die Vermutung nahe, dass der Umformprozess und die damit verbundenen Relativbewegungen der Fasern im Laminat direkten Einfluss auf das Faser-Matrix-Interface haben könnten. Dies wird im folgenden Kapitel näher betrachtet. Die in Abbildung 5.6 gezeigte deutlich höhere Bruchdehnung des reinen Matrixmaterials der mit 1 K/min bis 150 °C getemperten Proben wirkt sich nicht eindeutig sichtbar auf die Ergebnisse zur Schubfestigkeit aus, die in Abbildung 5.15 zusammengefasst sind. Das Gleiche gilt auch für die deutlich niedrigere Bruchdehnung der mit 3 K/min getemperten Proben aus den Reinharzversuchen. Wie Abbildung 5.14 zeigt, befindet man sich an diesem, laut Norm zur Auswertung heranzuziehenden Schubverformungswert von 5 % schon weit im Bereich der plastischen Verformung des Schubspannungs-Schubverformungs-Diagramms. Das bedeutet, die so ermittelten Schubfestigkeiten sind für Auslegungsrechnungen nur bedingt verwendbar.

Der mittlere Schubmodul der Proben SHE_1K_130 ist niedriger als der Rest. Dies lässt sich nicht aus den Ergebnissen zum E-Modul des auf gleiche Weise getemperten Reinharzes ableiten. Eine mögliche Ursache ist hier der Prozess des Aufbaus von Eigenspannungen im Verbundwerkstoff. Dieser unterscheidet sich von den anderen getemperten Proben dadurch, dass kein Überschreiten der maximalen Glasübergangstemperatur stattfindet. Dies erschwert eine Relaxation der Spannungen aus der chemischen Schwindung, verhindert aber auch die Ausbildung von Druckeigenspannungen aus der vollen Temperaturdifferenz. Die Eigenspannungen im glasfaserverstärkten Verbundwerkstoff werden in Kapitel 6 detaillierter behandelt.

Die geringen Unterschiede zwischen den vier getemperten Probensätzen in diesem matrixdominierten Versuch legen nahe, dass bei einem klassischen Zugversuch in Faserrichtung nicht mit signifikant unterschiedlichen Ergebnissen zu rechnen ist. Trotzdem ist der durchgeführte Versuch alleine nicht aussagekräftig genug, um eine schädigende Wirkung auf den Verbundwerkstoff ausschließen zu können. Neben dem Fiber Push-Out-Versuch, der im folgenden Kapitel behandelt wird, käme ein Druckversuch nach ISO 14126 in Frage. Die komplexere Lasteinleitung und die Notwendigkeit der Biegeüberwachung, insbesondere unter Berücksichtigung der umgeformten Proben, haben zu der Entscheidung geführt, diesen Versuch nicht als ersten durchzuführen. Weitere Versuche, die die Auswirkungen des Temperns und des

Umformens auch in Z-Richtung sichtbar machen können, sind die Bestimmung der Energiefreisetzungsraten für Mode 1 nach ISO 15024 und für Mode 2 nach ISO 15114. Insbesondere die Auswirkungen der Temperprozesse auf die Bruchdehnungen des Reinharzes sind hier wahrscheinlich deutlicher sichtbar.

5.3 Bestimmung der Auswirkungen auf die Interfacefestigkeit im Fiber Push-Out-Versuch

Das Ziel des Versuchs ist eine qualitative Bewertung des Einflusses der Temperaturführung im Temperprozess auf das Interface zwischen Glasfaser und Epoxidharzmatrix. Darüber hinaus soll der Einfluss der überlagerten aufgetragenen Verformung abgeschätzt werden können. Ursachen für einen negativen Einfluss auf das Faser-Matrix-Interface werden in den stark unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Faser und Matrix und in der durch die Verformung erzwungenen Verschiebung der Fasern im Verbundwerkstoff vermutet. Der von Kalinka et al. [101] beschriebene Fiber Push-Out-Versuch zur Bestimmung der Scherfestigkeit des Faser-Matrix-Interfaces wurde gewählt, da hier mit dem Material ungetesteter Proben aus dem vorangegangenen Schub-Zugversuch gearbeitet werden kann. So wird die Vergleichbarkeit untereinander gewahrt und eine unbewusste Änderung von Parametern weitestgehend ausgeschlossen. Eine Alternative zu diesem Versuch stellt der von Drzal et al. beschriebene Zugversuch an einer in Harz eingebetteten Faser dar [102], für diesen müssen allerdings spezielle Probenkörper angefertigt werden.

Der hier beschriebene Faserausdruckversuch wurde bei der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung in Berlin durchgeführt, dazu liegt ein detaillierter Prüfbericht vor [103].

5.3.1 Versuchsplan und Probenvorbereitung

Aus überzähligen, ungeprüften Faserverbundproben des vorangegangenen Schub-Zugversuches werden im Winkel von 45° rechteckige Stücke der Größe 4 mm x 10 mm mit einer Wandstärke von ca. 2 mm ausgeschnitten. Das bedeutet, auch hier wird ein Glasfaserlaminat aus Huntsman LY564/Aradur 22962 und acht Einzellagen Interglas 92626 E-Glasgewebe aus dem Garn EC6-68 mit einem mittleren Filamentdurchmesser von 6 µm geprüft. Durch Eingießen und Schleifen werden hieraus folienartige Prüfkörper mit einer Materialstärke in Faserrichtung von 20-30 µm für den Push-Out-Versuch hergestellt. Abbildung 5.18 zeigt die mit einem Laser-Scanning Mikroskop erzeugte Aufnahme der Stirnfläche zur Bestimmung der Wandstärke einer solchen Probe.

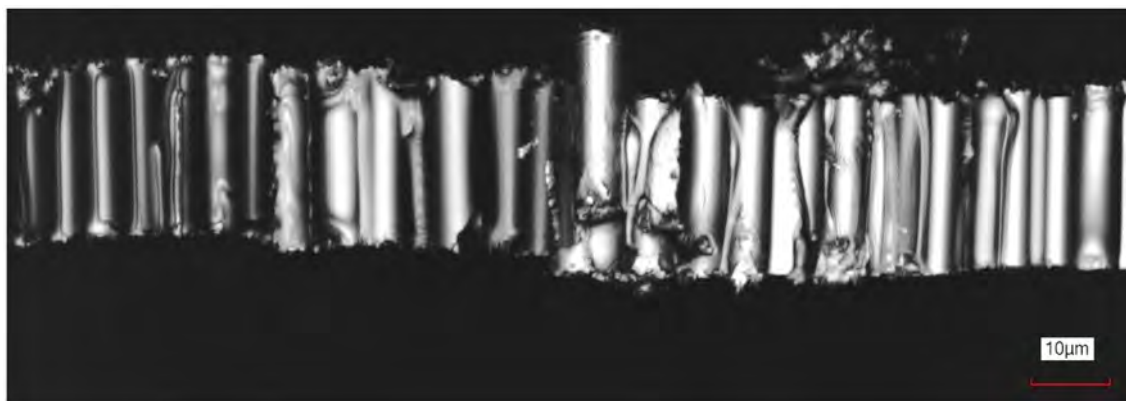


Abbildung 5.18: Aufnahme der Stirnfläche eines für den Fiber Push-Out-Versuch vorbereiteten Probenkörpers zur Ermittlung der Probendicke

Die senkrecht stehenden Fasersegmente sind in dieser Ansicht gut zu erkennen. Des Weiteren wird ersichtlich, dass Orientierungswechsel aus der Gewebestruktur bei dieser Abschnittslänge keine Rolle spielen.

Die Schubfestigkeit berechnet sich aus der Maximalkraft, die notwendig ist, um ein Fasersegment mittels eines nadelartigen Indenters mit einer Geschwindigkeit von $0,2 \mu\text{m/s}$ aus der Probe zu drücken. Diese wird auf die zylinderförmige Mantelfläche der Faser bezogen. Der dazu neben der Probenstärke notwendige Faserdurchmesser wird im Vorfeld als Mittelwert aus der Vermessung von zehn Einzelfasern je Probensatz unter dem Lichtmikroskop berechnet. Eine detaillierte Betrachtung der Mechanik im Bereich der Interphase zwischen Faser und Matrix wurde von Huang et al. [104] vorgestellt. Pro Probentyp werden 26 Einzelfasern ausgedrückt. Der folgenden Tabelle sind die Bezeichnungen der Proben und die dazugehörigen Temperzustände zu entnehmen.

| Anzahl | Bezeichnung | Ausgangs- geometrie | Temperzustand | Bemerkung |
|--------|-------------|------------------------|------------------|-------------------------------------|
| 26 | FP_unget | eben | ungetempert | - |
| 26 | FP_1K_130 | eben | 1K/min, 130°C 2h | Tg wird nicht überschritten |
| 26 | FP_1K_150 | eben | 1K/min, 150°C 2h | Tg wird bei 135,3 °C überschritten, |
| 26 | FP_3K_150 | eben | 3K/min, 150°C 2h | Tg wird bei ca. 80 °C überschritten |
| 26 | FP_3K_150_G | gekrümmt | 3K/min, 150°C 2h | Tg wird bei ca. 80 °C überschritten |

Tabelle 5.5: Übersicht über die Probensätze und deren Temperzustände für den Fiber Push-Out-Versuch

5.3.2 Die vorliegende Materialkombination im Faser-Matrix-Interface

Bobzin beschreibt als Haftungsmechanismen zwischen einer Beschichtung und einem Grundwerkstoff die mechanische Verklammerung, die Adhäsion auf Grundlage der Van-der-Waals Wechselwirkungen und die chemische Bindung [105] S. 10. Es können noch

diffusionsbasierende Effekte auftreten, diese sind für den vorliegenden Fall jedoch nicht relevant. Der Mechanismus der mechanischen Verklammerung hängt in erster Linie von der Oberflächenstruktur der gewählten Faser ab. Die Mechanismen der Adhäsion und der chemischen Bindung dagegen sind stark von der chemischen Beschaffenheit der Faseroberfläche abhängig. Eine chemische Verbindung zwischen organischer Epoxidmatrix und anorganischer Faser ist über Hydroxylgruppen möglich. Die Verwendung von Haftvermittlern stabilisiert und verbessert die mechanischen Eigenschaften des Verbundes aber deutlich [106] S. 74.

Bei der Oberflächenbehandlung von Fasern muss grundsätzlich zwischen der Textilschichte, die nur der Verbesserung der Verarbeitbarkeit des Faserhalbzeuges dient, und dem Finish, das zusätzlich als Haftvermittler zwischen der anorganischen Glasfaser und dem Polymer fungiert, unterschieden werden. Das im Rahmen dieser Arbeit genutzte Gewebe Interglas 92626 ist herstellerseitig mit dem Finish FK144 versehen. Dieses besteht sowohl aus Volan, welches auch als eigenständiges Finish FK104 bekannt ist, und aus einem Silan-Haftvermittler [107].

In der Regel werden die Glasfasern nach dem Herstellungsprozess thermisch gereinigt, im Anschluss werden dann die in Wasser gelösten Komponenten des Finishs aufgebracht. Die Hauptaufgabe dieser Haftvermittler ist dabei, die Stabilität des Interfaces auch unter hot-wet Bedingungen sicherzustellen. Reichhold et al. hat dies am glasfaserverstärkten Epoxidharz unter Variation des Haftvermittlers und des Matrixwerkstoffes untersucht [108]. Zusätzlich dazu verbessert Volan noch die Durchträngungsfähigkeit und reduziert die statische Aufladung [109]. Die folgende Abbildung zeigt beispielhaft den chemischen Aufbau eines solchen Volan FK104 Haftvermittlers. Die Temperaturbeständigkeit dieser Komponente liegt bei 260°C.

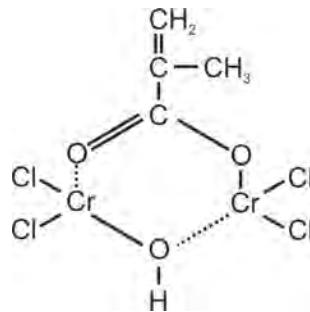


Abbildung 5.19: Strukturformel von Cr (III) Methacrylat Finish (Volan) [109]

Nach der Applikation binden sich die aktiven Moleküle an das anorganische Substrat und orientieren sich so, dass die polymerisierbaren Gruppen nach außen zeigen. Dies ermöglicht die Anbindung von Polymeren wie Epoxid-, Polyester- oder Phenolharzen [109].

Grundsätzlich ist eine Vielzahl an Silanen verfügbar, die Auswahl hängt in erster Linie vom genutzten Harzsystem ab [110]. Die Variante (3-Aminopropyl)triethoxysilan ist ein weit verbreiteter und durch die Amingruppe zur Verarbeitung mit Epoxidharzen gut geeigneter Haftvermittler [111] S. 22–23. Die folgende Abbildung zeigt den Aufbau dieses Silans.

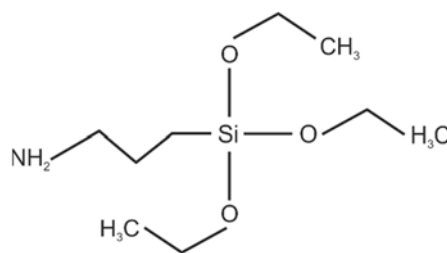
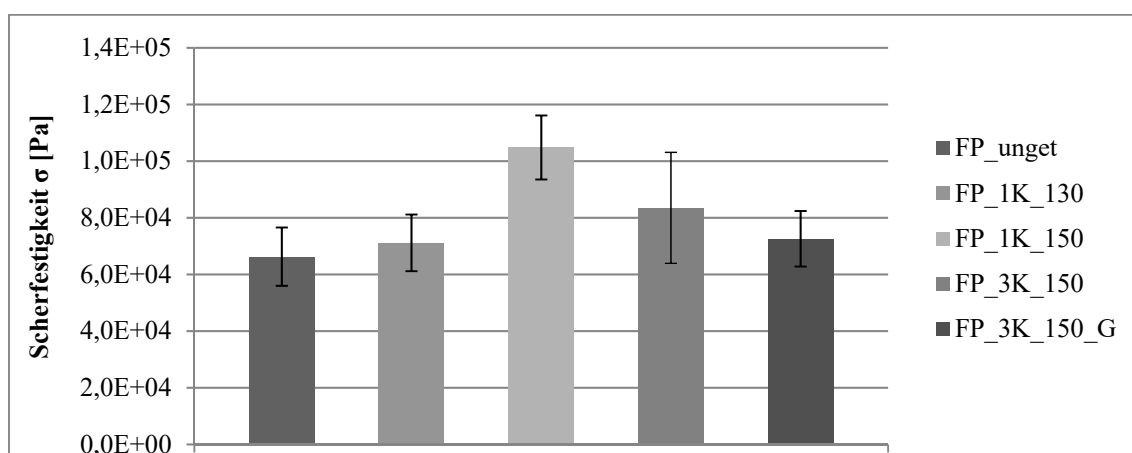


Abbildung 5.20: Strukturformel von (3-Aminopropyl)triethoxysilan [112]

Es bildet über das Silizium und den Sauerstoff unter Zugabe von Wasser Ketten. Diese Ketten können über die Sauerstoffatome Bindungen mit den Hydroxylgruppen auf der Oberfläche des Glasfasersubstrates eingehen. Dieses Interface zwischen Finish und Faser ist unempfindlicher gegen Feuchtigkeitseinflüsse als die direkte Verbindung zwischen Epoxid und Glasfaseroberfläche. Die funktionale Gruppe, z.B. Methacrylat, Epoxid oder in diesem Fall ein Amin, gewährleisten die Anbindung des Matrixwerkstoffes. Detailliert werden die Funktionsweise und der Zweck von Haftvermittlern zwischen anorganischen und organischen Materialien bei Seymour et al. erklärt [113] S. 114–115.

5.3.3 Ergebnisse des Fiber Push-Out-Versuchs

Eine Tabelle der gemittelten Ergebnisse, auf Basis derer das folgende Diagramm erstellt wurde und die zu Grunde liegenden Kraft-Weg-Kurven sind in Anhang F hinterlegt. Bei einer Bewertung der Kurvenverläufe ist darauf zu achten, dass die Probenstücke unter dem Indenter auf einem Lochblech positioniert werden. Nach dem Aufsetzen des Indenters auf die Probe ist es möglich, dass die Probe eine gewisse Federkraft aufbaut bis sie vollständig gegen das Lochblech gedrückt wird. Das bedeutet, der Anstieg der Prüfkraft zu Beginn steht nicht zwangsläufig in Zusammenhang mit den mechanischen Eigenschaften des Interfaces. Im folgenden Diagramm sind die arithmetischen Mittelwerte der Scherfestigkeiten mit den dazugehörigen Standardabweichungen zusammengefasst.

Abbildung 5.21: Mittelwerte der im Fiber Push-Out-Versuch ermittelten Scherfestigkeit σ

Die niedrigsten Werte zur mittleren Scherfestigkeit ergeben sich für die ungetemperten Proben. Hier war die Annahme, dass sich nur ein Teil der möglichen Bindungen zwischen

Matrixwerkstoff und Finish ausgebildet haben. Gleichzeitig ist es denkbar, dass die Matrix, verursacht durch den chemischen Schwund, eine Druckkraft auf die Mantelfläche der Faser ausübt. Trotz der weiteren Vernetzung, welche auch zum Finish hin stattfinden kann, ist die mittlere Scherfestigkeit des Probensatzes FP_1K_130 nur geringfügig höher als die der ungetemperten Proben. Negativ auf die Vernetzungsfähigkeit kann sich hier auswirken, dass sich der Temperprozess im diffusionskontrollierten Bereich abspielt. Das bedeutet, dass die Beweglichkeit der Moleküle und der funktionalen Gruppen eingeschränkt ist. Es ist also möglich, dass aus diesem Prozess keine vollständige chemische Anbindung der Matrix an das Finish resultiert. Die mechanische Einklammerung der Faser kann möglicherweise geringfügig vom chemischen Schwund der verbleibenden Aushärtung profitieren. Da bei diesem Probensatz die Glasübergangstemperatur nicht überschritten wird, werden Wärmedehnungseffekte als elastisch betrachtet.

Die Ergebnisse des Satzes FP_1K_150 legen nahe, dass das Überschreiten der Glasübergangstemperatur bei einem sehr hohen Aushärtegrad einen deutlichen positiven Effekt auf das Faser-Matrix-Interface hat. Auch hier findet die Aushärtung wie bei FP_1K_130 weitestgehend im glasartigen Zustand statt. Allerdings haben der Verbund und insbesondere die Matrix die Möglichkeit zur Relaxation aufgebauter Spannungen am Ende der Aufheizrampe. Dies kann nach dem Abkühlen eine deutlich stärkere mechanische Einklemmung der Fasern bewirken. Wie auch schon bei den Reinharzzugproben beobachtet erhöht eine steile Aufheizrampe von 3 K/min und damit verbunden ein frühes Überschreiten der aktuellen Glasübergangstemperatur im Prozess deutlich die Streuung der Festigkeit. Eine positive Auswirkung durch die hohe Beweglichkeit der Moleküle bei einem relativ niedrigen Aushärtegrad ist besonders im Vergleich zum Probensatz FP_1K_150 nicht sicher auszumachen.

Das zusätzliche Aufbringen einer Verformung hat einen deutlich erkennbaren negativen Einfluss auf die erreichbare mittlere Scherfestigkeit. Dies kann auf das Aufbrechen eines Teils der zu diesem Zeitpunkt schon existierenden Bindungen zwischen Faser, Finish und Matrix zurückzuführen sein. Interessant ist, dass damit eine signifikante Reduzierung der Standardabweichung einhergeht.

5.3.4 Diskussion der Ergebnisse des Fiber Push-Out-Versuchs

Die Versuchsergebnisse zeigen deutliche Unterschiede hinsichtlich der mittleren erzielbaren Scherfestigkeit der Fasereinbettung in Abhängigkeit vom gewählten Prozess. Im Abgleich mit den Ergebnissen aus dem Schub-Zugversuch zeigen sich aber keine direkten Auswirkungen dieser Unterschiede. Ein Zugversuch quer zur Faserrichtung an unidirektional verstärkten Proben nach DIN EN ISO 527-4 [114] wie er von Wetjen [115] S. 35 zur Bewertung des Faser-Matrix-Interfaces zwischen Kohlenstofffasern und Epoxidmatrix beschrieben wird, ist hier möglicherweise besser geeignet, diese Unterschiede auch im Verbund sichtbar zu machen. Darüber hinaus muss bedacht werden, dass die hier im Fiber Push-Out-Versuch geprüften Proben nur einen lokal sehr begrenzten Teil des Laminates widerspiegeln. Je nach Ziel der Untersuchung wäre es für zukünftige Versuche durchaus sinnvoll, Probenmaterial an drei oder mehr unterschiedlichen Stellen zu entnehmen.

Grundsätzlich sprechen die guten Werte von FP_1K_150 dafür, dass keine Degradation der funktionalen Gruppen der beiden Finishkomponenten bis 150 °C auftritt. Darüber hinaus ist es

möglich, dass während des Temperns eine Rücktrocknung in Bezug auf im Interface eingelagertes Wasser stattfindet. Dies würde sich besonders günstig auf den längsten Prozess FP_1K_150 auswirken.

Ein Vergleich der bei 150 °C getemperten Probensätze zeigt, dass es sinnvoll ist, die aktuelle Glasübergangstemperatur für die Durchführung der Geometriekorrektur nur kurzzeitig zu überschreiten. Die weitere Prozessführung sollte dann mit einer Heizrate von 1 K/min bis 150 °C geschehen. Die negativen Einflüsse des frühen Überschreitens der Glasübergangstemperatur und der aufgetragenen Verformung können damit nicht eliminiert, aber möglicherweise stark reduziert werden.

Die Beschreibung der Ergebnisse im vorangegangenen Unterkapitel zeigt, dass alleine mit diesem Versuch die Auswirkungen auf die mechanische Verklammerung und auf die chemische Verbindung nicht sauber getrennt voneinander bewertet werden können. Ein Vergleich von zwei Versuchsreihen, die unter unterschiedlichen Temperaturbedingungen durchgeführt werden, könnte einen Rückschluss auf den Anteil der mechanischen Verklammerung, verursacht durch die unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten von Faser und Matrix, geben. Darüber hinaus kann eine Untersuchung der ausgedrückten Fasern und gegebenenfalls auch der Harzkanäle mithilfe eines Rasterelektronenmikroskops einen Anhaltspunkt über die Art des Versagens beim Erreichen der maximalen Scherfestigkeit geben.

Eine Übertragung der Ergebnisse auf kohlenstofffaserverstärkte Lamine ist nur begrenzt möglich. Die Durchmesser der beiden Faserarten sind zwar sehr ähnlich, das Verhalten der Kohlenstofffaser im Temperprozess ist durch die negative Wärmedehnung in Längsrichtung und die positive Dehnung quer zur Faserrichtung aber komplexer. Eine Untersuchung des Einflusses der Härtungstemperatur und der Feuchtigkeitsaufnahme auf das Interface zwischen Kohlenstofffaser und Epoxidmatrix ist bei Adamov [87] zu finden.

5.4 Zusammenführung der Ergebnisse aus den Materialversuchen

Die folgende Tabelle zeigt eine Zusammenfassung aller im Rahmen dieses Kapitels betrachteten Materialversuche. Die besten Ergebnisse eines jeden Versuches sind grau hervorgehoben, die prozentualen Abweichungen der verbleibenden Werte sind unter diesen notiert. Alle Abweichungen, größer als 5 % des Maximalwertes, sind fett markiert.

| | | 1K/130 | 1K/150 | 3K/150 | 3K/150 + Verf. |
|----------|--------------------------------|----------------------------|------------------|----------------------------|----------------------------|
| Reinharz | Zugfestigkeit [MPa] | 76,2 | 75,4 (-1 %) | 69,6 (-8,7 %) | - |
| | E-Modul [MPa] | 3238 | 3189 (-1,5 %) | 3207 (-1 %) | - |
| | Bruchdehnung [%] | 5,92 (-18 %) | 7,22 | 4,55 (-37 %) | - |
| Verbund | Schubfestigkeit [MPa] | 43,8 (-3,4 %) | 45,35 | 43,5 (-4,1 %) | 44,1 (-2,8 %) |
| | Schubmodul [MPa] | 3064 (-1,7 %) | 3162 (-1,4 %) | 3188 | 3165 (-1,5 %) |
| | Scherfestigkeit Interface [Pa] | 7,11E+04 (-32 %) | 1,05E+05 | 8,35E+04 (-21 %) | 7,26E+04 (-31 %) |

Tabelle 5.6: Gegenüberstellung der Ergebnisse aus den Materialversuchen

Die Tabelle zeigt, dass tendenziell ein Temperprozess mit niedriger Aufheizrate zu bevorzugen ist. Darüber hinaus wirkt sich ein Überschreiten der maximalen Glasübergangstemperatur am Ende der Aufheizphase positiv auf die geprüften Werte aus. Bei den Ergebnissen der Prozesse mit hoher Aufheizrate sticht besonders die um 37 % reduzierte Bruchdehnung des Reinharzes hervor, obwohl diese immer noch in der im Datenblatt angegebenen Bandbreite von 3,5-8 % liegt. Die übrigen Defizite sind nicht so deutlich, dass ein solcher Prozess nicht in Erwägung gezogen werden könnte. Dies wird dadurch gestützt, dass alle Proben im Schub-Zugversuch weniger als 5 % Abweichung aufweisen. Dieser Versuch alleine ist allerdings nicht ausreichend, um die Auswirkungen des Temperprozesses und der Verformung auf den Verbundwerkstoff abschließend bewerten zu können.

Unabhängig vom Vergleich untereinander zeigen die Ergebnisse des Zugversuches am Reinharz, dass die Beurteilung eines Aushärteprozesses alleine an Hand der Bestimmung der Restenthalpie oder der Zugfestigkeit nicht ausreicht. Eine sensorgestützte Prozessführung kann hier insbesondere bei komplexeren Strukturen gleichbleibende, gute mechanische Eigenschaften sicherstellen.

Die Ergebnisse legen nahe, dass sich der Prozess zur Geometriekorrektur während des Temperns möglichst nahe am Prozess mit 1 K/min Aufheizrate bis 150 °C orientieren sollte. Dies wird durch eine variable Heizrampe möglich, die mithilfe der dielektrischen Sensoren geregelt werden kann. So wird es möglich, früh und kurzzeitig die aktuelle Glasübergangstemperatur zu überschreiten

und die Verformung aufzubringen, um danach direkt in den glasartigen Zustand zurückzukehren und die Aushärtung dort weiterzuführen. Um sicherzustellen, dass eine solche Prozessführung keine neuartigen Probleme mit sich bringt, sollten im nächsten Schritt die durchgeführten Versuche um einen solchen Probensatz erweitert werden.

6. Die Auswirkungen der Temperaturführung im Temperprozess auf die prozessinduzierten Spannungen im Verbundwerkstoff

Das folgende Kapitel beschreibt die Untersuchungen zu den prozessinduzierten Spannungen im GFK und soll ein besseres Verständnis der Vorgänge im Laminat beim Überschreiten der Glasübergangstemperatur im Aushärteprozess ermöglichen. Prussak et al. [116] zeigen, dass die Prozessführung einen starken Einfluss auf die Eigenspannungen hat. Im Versuch werden über in die Proben integrierte Faser-Bragg-Gitter die Dehnungen während des gesamten Aushärteprozesses erfasst. So können die Eigenspannungen quantifiziert werden. Harsch [29] beschreibt den Einsatz dieser Sensoren im Aushärteprozess von Reinharzproben. In einer ersten Versuchsreihe wird der Versuchsaufbau überprüft und es werden Referenzwerte für eine ebene Platte ermittelt. Im Anschluss daran werden die Dehnungen an einer gekrümmten Platte ermittelt, auf welche im Temperprozess eine Verformung aufgebracht wird. Die Ergebnisse werden gegenübergestellt, um den Einfluss des Verformungsprozesses auf die Eigenspannungen im Laminat sichtbar zu machen.

6.1 Auswirkungen des Überschreitens der Glasübergangstemperatur im Temperprozess auf die Eigenspannungen im Verbundwerkstoff

Im ersten Schritt werden Referenzwerte zum Aufbau von Eigenspannungen im Aushärteprozess an einer ebenen GFK-Platte ohne den Einfluss einer aufgetragenen Verformung ermittelt. Der Fokus liegt hier auf einem zweistufigen Prozess, der vom Hersteller des Epoxidharzes im Datenblatt vorgeschlagen wird [85] und der auch für den Korrekturprozess genutzt werden kann. Es wird untersucht, wie sich die Dehnungen im Laminat über die beiden Schritte hinweg entwickeln und wie hoch die am Ende daraus resultierenden Spannungen sind. Beachtet werden muss hier die Überlagerung der Mechanismen, die Eigenspannungen verursachen, mit dem sich verändernden Materialzustand über den Aushärteprozess. So kann im flüssigen Zustand eine Volumenabnahme, bedingt durch den chemischen Schwund aus der Aushärtung durch nachfließendes Material ausgeglichen werden. Im gummiartigen Bereich oberhalb der Glasübergangstemperatur sind die thermisch und mechanisch induzierten Spannungen aufgrund des niedrigen E-Moduls der Matrix limitiert und es existiert ein Potenzial zur Relaxation. Charakteristisch für den glasartigen, festen Zustand sind ein hoher E-Modul und damit verbunden hohe Spannungen [29] S. 26. Dies kommt vor allem zum Ende des Temperprozesses beim Unterschreiten der Glasübergangstemperatur während des Abkühlens zum Tragen. Um dieses komplexe Verhalten erfassen zu können wird ein Versuchsaufbau genutzt, bei dem die Dehnungsmessung über FBG-Elemente mit der dielektrischen Aushärtegraderfassung und einer Temperaturmessung kombiniert wird. Eine umfangreichere Beschreibung des Versuches ist in [117] und [118] zu finden. Dort werden besonders die Werkzeug-Bauteil-Interaktion und die Simulation solcher mehrstufiger Prozesse auf Basis eines viskoelastischen Materialmodells ausführlicher beleuchtet.

6.1.1 Versuchsplan

Im Zuge des Versuches werden zwei Glasfaserplatten im Harzinfusionsverfahren bei Umgebungsdruck gefertigt. Als Matrixwerkstoff wird das Epoxidharz Huntsman LY564 / Aradur 22962 eingesetzt. Der Infusionsprozess und der direkt daran angeschlossene erste Aushärteschritt finden bei 60 °C in einem Laborofen statt. Auch hier ist das Ziel, nach dem Initial Cure ein entformbares, handhabbares Faserverbundbauteil mit niedrigem Aushärtegrad zu erhalten. Für den Tempersschritt wird der schon zuvor betrachtete Prozess mit einer Heizrate von 3 K/min und einer Zieltemperatur von 150 °C gewählt. Dies ermöglicht später den direkten Vergleich mit einer im gleichen Temperprozess verformten Probenplatte. Als Verstärkungsmaterial kommen acht Lagen eines unidirektionalen Glasfasergeleges mit einem Flächengewicht von 600 g/m² aus Rovings des Typs SE 1500 [119] zum Einsatz. Der Lagenaufbau wird als [(90/0)2]_s ausgeführt, die Einzelschichtdicke im Laminat beträgt ca. 0,41 mm. Dieses Verstärkungsmaterial eignet sich für die Eigenspannungsuntersuchungen besser als das zuvor verwendete, relativ dünne und in sich asymmetrische Glasfasergewebe, da hier die Eigenschaften der Einzelschichten des Laminates präziser beschrieben werden können. Dies ist zum einen für die Einbettung der FBG-Sensoren wichtig und zum anderen für die Berechnung der Spannungen aus den erfassten Dehnungen.

Die Erfassung des Aushärteverlaufs in beiden Prozessschritten erfolgt mithilfe dielektrischer Foliensensoren und des Gerätes PDE-1 des Herstellers Gel Instrumente AG [63]. Die Dehnungen werden über einen MIOPAS SPK155 FBG-Interrogator aufgezeichnet. Der hier verwendete Lichtleiter besitzt einen Durchmesser von 0,125 mm, die integrierten Gratings eine Größe von 2,5 mm. Beide Messsysteme erfassen zusätzlich über Thermoelemente des Typs K sowohl die Bauteil- als auch die Umgebungstemperatur. Dies ist besonders für die Dehnungsmessung wichtig, um die Veränderung des Brechungsindex durch den thermooptischen Effekt kompensieren zu können. Die Messwerte werden mit einer Frequenz von 1 Hz über den gesamten zweistufigen Prozess hinweg aufgezeichnet.

Die resultierenden Eigenspannungen werden aus den gemessenen Dehnungen nach der klassischen Laminattheorie berechnet. Dabei wird angenommen, dass die Dehnungen in X- und Y-Richtung aufgrund eines ausgeglichenen, symmetrischen Lagenaufbaus gleich sind. Darüber hinaus wird davon ausgegangen, dass Temperatur und Dehnung über die Laminatdicke konstant sind. Mithilfe der folgenden Gleichung lässt sich aus der gemessenen Dehnung eine theoretische thermische Last berechnen.

$$\{n\}_T = [A] * \varepsilon \quad 6.1$$

Dabei sind:

ε gemessene Dehnung

$\{n\}_T$ thermische Last

$[A]$ Steifigkeitsmatrix

Hieraus kann dann eine treibende Temperaturdifferenz berechnet werden.

$$\{n\}_T = [A] * \alpha_T * \Delta T \quad 6.2$$

mit:

α_T Wärmeausdehnungskoeffizient des Laminates

ΔT Temperaturdifferenz

Mithilfe dieser Temperaturdifferenz ist es möglich, die Eigenspannungen der Einzelschichten zu bestimmen.

$$\{\sigma_R\}_K = [Q]_k * (\{\varepsilon\} - \alpha_T * \Delta T)_k \quad 6.3$$

Dabei ist:

$[Q]_k$ Steifigkeitsmatrix der Einzelschicht

Dieses Vorgehen zur Berechnung der Eigenspannungen aus den gemessenen Dehnungen wird in [118] anhand einer numerischen Simulation überprüft und bestätigt.

Die folgende Tabelle enthält die für die Berechnung notwendigen Materialkennwerte für das verwendete Laminat.

| | | |
|------------------------|--|---------------|
| E_{\parallel} | E-Modul parallel zur Faser | 39209 MPa |
| E_{\perp} | E-Modul quer zur Faser | 12389 MPa |
| $G_{\parallel\perp}$ | Schubmodul in der Laminebene | 3427 MPa |
| $\nu_{\parallel\perp}$ | Poissonzahl in der Laminebene | 0,26 |
| α_{\parallel} | Wärmeausdehnungskoeffizient parallel zur Faser | 6,38 E-6 1/K |
| α_{\perp} | Wärmeausdehnungskoeffizient quer zur Faser | 39,13 E-6 1/K |

Tabelle 6.1: Materialkennwerte zur Berechnung der Eigenspannungen im Glasfaserlaminat [117]

Diese wurden im Vorfeld in statischen Zugversuchen und mithilfe der thermomechanischen Analyse ermittelt.

6.1.2 Versuchsdurchführung

Tabelle 6.2 zeigt neben dem Lagenaufbau auch die Positionierung der einzelnen Sensoren im Laminat.

| Zuschnitt | Faserwinkel | Material |
|--------------------------------------|-------------|--------------|
| Werkzeug | | |
| 1 | 90° | UD - Gelege |
| 2 | 0° | UD - Gelege |
| 3 | 90° | UD - Gelege |
| 4 | 0° | UD - Gelege |
| Symmetrieebene / FBG-Sensor | | |
| 5 | 0° | UD - Gelege |
| 6 | 90° | UD - Gelege |
| 7 | 0° | UD - Gelege |
| 8 | 90° | UD - Gelege |
| 9 | - | Abreißgewebe |
| Dielektrischer Sensor / Abreißgewebe | | |
| Vakuumaufbau / Thermoelemente | | |

Tabelle 6.2: Lagenaufbau der Versuchsplatten zur Bestimmung der Eigenspannungen

Die FBG-Sensoren befinden sich in der Symmetrieebene parallel zu den zwei in 0°-Richtung ausgerichteten Faserlagen. Der dielektrische Foliensensor wird auf dem Lagenaufbau mit der Sensorfläche zum Fasermaterial hin befestigt. Eine Abbildung des Fertigungsaufbaus mit den positionierten Sensoren ist in Anhang G eingefügt.

Abbildung 6.1 zeigt eine Draufsicht des gesamten Fertigungsaufbaus einschließlich der stählernen Werkzeuggrundplatte. Für die Harzinfusion wird auf der Siegelfläche eine Vakuumfolie verklebt, die ein Evakuieren des Aufbaus über die Angusslinie zulässt. Der gesamte skizzierte Aufbau befindet sich sowohl für den Infusionsprozess als auch für die zweistufige Aushärtung in einem Laborofen. Vor Beginn der Harzinfusion wird der Vakuumaufbau auf 60 °C vorgeheizt, um die Viskosität des Harzes im Tränkungsprozess zu senken. Dies ist notwendig, da keine Fließhilfe zur Beschleunigung der Tränkung des Fasermaterials eingesetzt werden kann. Diese würde auf einer Seite des Laminates eine dicke Reinharzschicht verursachen, welche die gemessenen Dehnungen beeinträchtigen könnte. Eine Erhöhung der Druckdifferenz durch den Einsatz eines Autoklaven würde das Risiko mit sich bringen, dass durch den Autoklavdruck die Dehnungsmessungen verfälscht werden. Die Temperaturführung über den gesamten Versuchsprozess ist in Abbildung 6.2 dargestellt. Nach der Harzinfusion, welche ca. 30 Minuten dauert, wird das Laminat für 60 Minuten bei 60 °C weiter vorausgehärtet. Danach wird der Laborofen geöffnet und der Aufbau kühlt durch natürliche Konvektion auf Raumtemperatur ab. Nach dem Abkühlen werden Proben entnommen, die mithilfe einer DSC-Analyse auf ihren Aushärtezustand hin untersucht werden. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen befinden sich in Tabelle 6.3. Im Temperprozess wird das Laminat mit einer Ist-Heizrate von 2,8 K/min auf 150 °C aufgeheizt, um die Glasübergangstemperatur noch in der Aufheizphase zu überschreiten. Danach wird die Aushärtetemperatur von 150 °C für 2 Stunden gehalten. Die Abkühlung am Ende des Prozesses erfolgt wieder durch natürliche Konvektion.

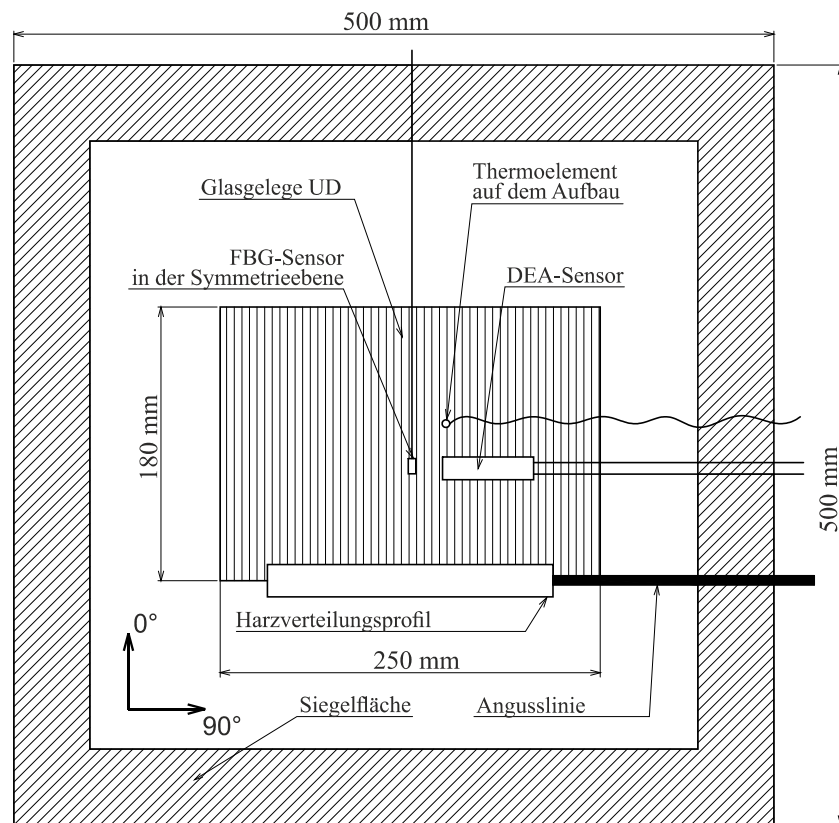


Abbildung 6.1: Skizze des Versuchsaufbaus zur Ermittlung der Auswirkungen der Temperaturführung im Temperprozess auf die Eigenspannungen

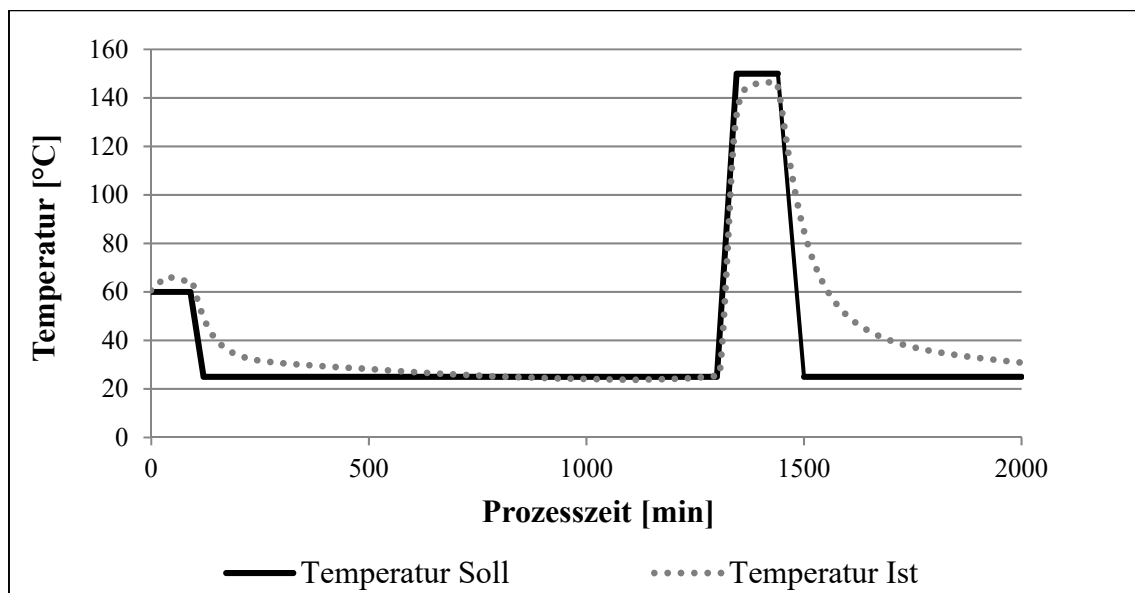


Abbildung 6.2: Temperaturführung für die Fertigung der Platten zur Bestimmung der Eigenspannungen

| | Messung 1 | Messung 2 |
|--|-----------|-----------|
| Glasübergangstemperatur Midpoint DIN [°C] | 62,1 | 62,6 |
| Berechneter Aushärtegrad X_{calc} [%] | 74,2 | 74,5 |

Tabelle 6.3: Bestimmung der Glasübergangstemperatur der Probenplatten zur Eigenspannungsmessung nach dem Initial Cure Prozess

Die Ergebnisse der DSC-Analyse zeigen, dass die Probenplatten nach dem angewandten Infusions- und Voraushärteprozess für eine Verformung im Temperprozess geeignet wären.

Zur Absicherung der Ergebnisse der Dehnungsmessungen wird die Lage der Lichtleiter nach Abschluss der Messungen über Schliffbilder überprüft. Die folgende Abbildung zeigt die Mikroskopaufnahme einer solchen Schnittfläche.

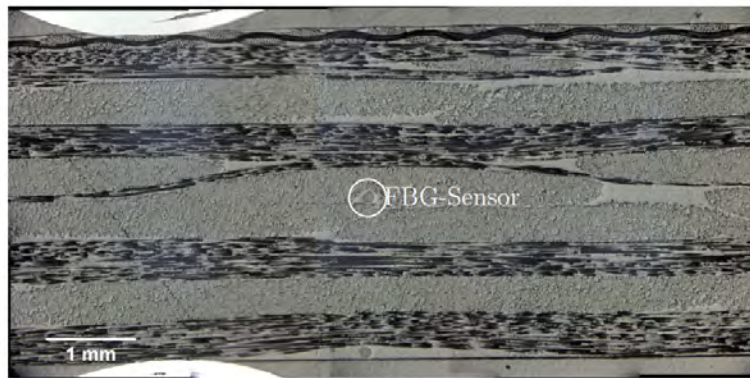


Abbildung 6.3: Schliffprobe mit dem in der Symmetrieebene eingebetteten FBG-Sensor

Man kann erkennen, dass der FBG-Sensor genau zwischen zwei 0°-Rovings in der Symmetrieebene des Laminates eingebettet ist.

6.1.3 Ergebnisse

Um die Ergebnisse besser darstellen zu können wird jeweils ein Diagramm für den Voraushärtprozess und ein Diagramm für den Temperprozess erstellt. Darin sind die Ist-Temperatur des Laminats, die Leitfähigkeit und die Dehnung für beide gefertigten Probenplatten über der Prozesszeit aufgetragen.

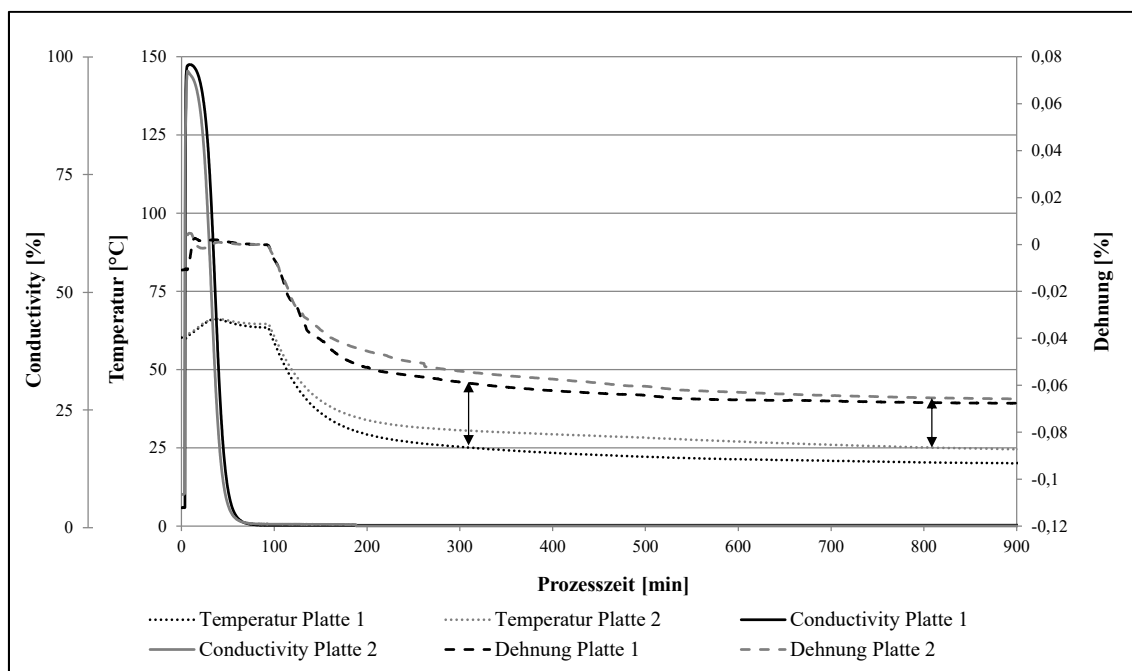


Abbildung 6.4: Messergebnisse des Voraushärtprozesses zur Ermittlung der Eigenspannungen im Laminat

Sobald das Harz nach Beginn der Infusion den DEA-Sensor benetzt, steigt die Leitfähigkeit steil an. Gleichzeitig ändert sich der Druck im Bauteil, was einen Einfluss auf das Dehnungssignal hat. Mit fortschreitender Prozesszeit steigt die Bauteiltemperatur aufgrund der exothermen Härtingsreaktion leicht an. Gleichzeitig nimmt die Leitfähigkeit ab, da die Ladungsträger durch die fortschreitende Vernetzung immer weiter in ihrer Beweglichkeit eingeschränkt werden. Am Ende der Haltephase des Initial Cure Prozesses bei 60 °C erreicht das Harz den Gelpunkt, der laut Tabelle 2.1 bei 60,2 °C liegt. Da nach der Definition ab diesem Punkt Spannungen und Dehnungen im Material auftreten können, werden die Dehnungswerte an dieser Stelle auf null gesetzt. Im Zuge des Abkühlprozesses bildet sich dann eine negative Dehnung aus. Diese beträgt bei 25 °C für Panel 1 -0,06 % und für Panel 2 -0,065 %. Die Differenz zwischen den Dehnungswerten resultiert dabei aus einem Temperaturunterschied von circa 2 K zum Zeitpunkt des Beginns des Abkühlprozesses bei etwa 100 Minuten Prozessdauer.

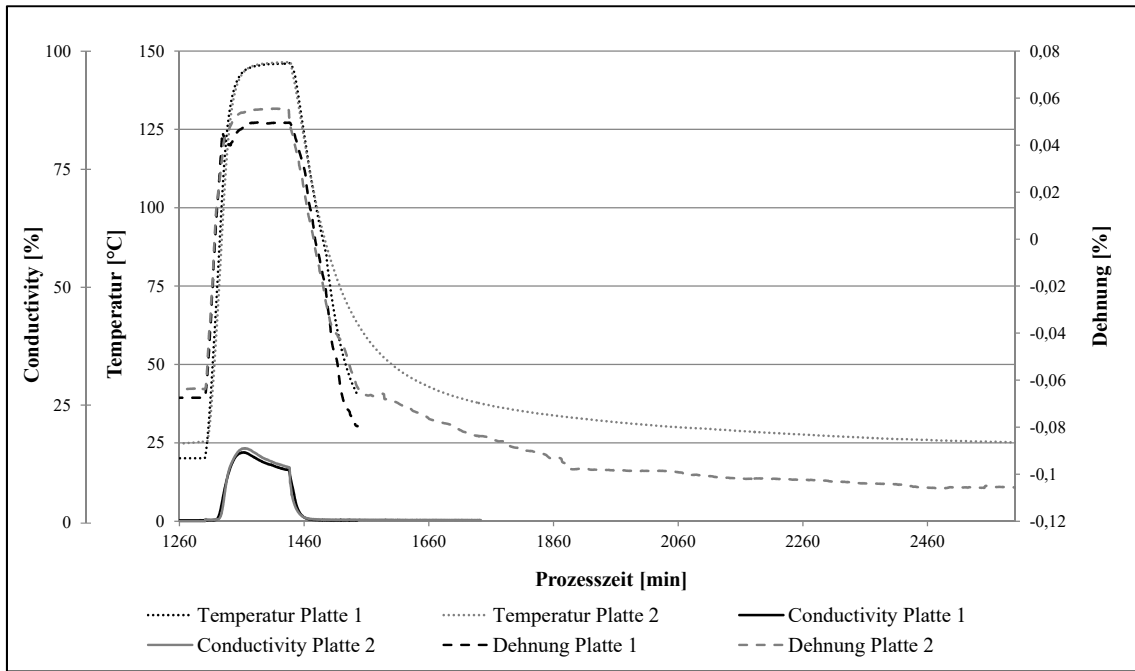


Abbildung 6.5: Messergebnisse des Temperprozesses zur Ermittlung der Eigenspannungen im Laminat

Mit dem Beginn des Temperprozesses steigt die Dehnung stark bis in den positiven Bereich an. Das Erweichen der Matrix durch das Überschreiten der aktuellen Glasübergangstemperatur zeigt sich sowohl im Signal des dielektrischen Sensors als auch in der Dehnungsmessung. Die näherungsweise lineare Wärmedehnung des Laminates endet deutlich vor Erreichen der maximalen Aushärtetemperatur von 150 °C. In der Haltephase des Temperprozesses wird für Platte 1 eine Dehnung von 0,0495 % und für Platte 2 eine Dehnung von 0,547 % gemessen. Die Werte der dielektrischen Aushärtegraderfassung zeigen dabei eine Weitervernetzung im Temperprozess. Da sich die Matrix dort dauerhaft oberhalb der maximalen Glasübergangstemperatur von 135,3 °C im gummielastischen Bereich befindet, geht die Leitfähigkeit nicht auf null zurück. Dies geschieht erst mit dem Beginn der Abkühlung, wenn die Matrix wieder in den glasartigen Zustand übergeht. Damit einhergehend fallen auch die Dehnungen wieder in den negativen Bereich auf -0,08 % für Panel 1 und auf -0,0795 % für Panel 2 bei einer Temperatur von 40 °C. Aufgrund eines Fehlers in der Datenaufzeichnung liegen ab diesem Punkt nur noch Werte für Panel 2 vor. Die gute Übereinstimmung der Messdaten bis zu diesem Punkt spricht für die Plausibilität der Werte von Panel 2.

Eine genauere Analyse des Verhaltens im Bereich des Überganges zwischen dem gummielastischen und dem glasartigen Materialverhalten erlaubt das Diagramm in Abbildung 6.6. Hier sind die gemessenen Dehnungen des Temperprozesses beider Versuchsplatten über der Materialtemperatur aufgetragen. Zusätzlich ist als Hilfestellung eine Gerade eingezeichnet, die der gemessenen Wärmeausdehnung des ausgehärteten Laminates von $13,37 \pm 1,46 \text{ E-6 } 1/\text{K}$ entspricht [117].

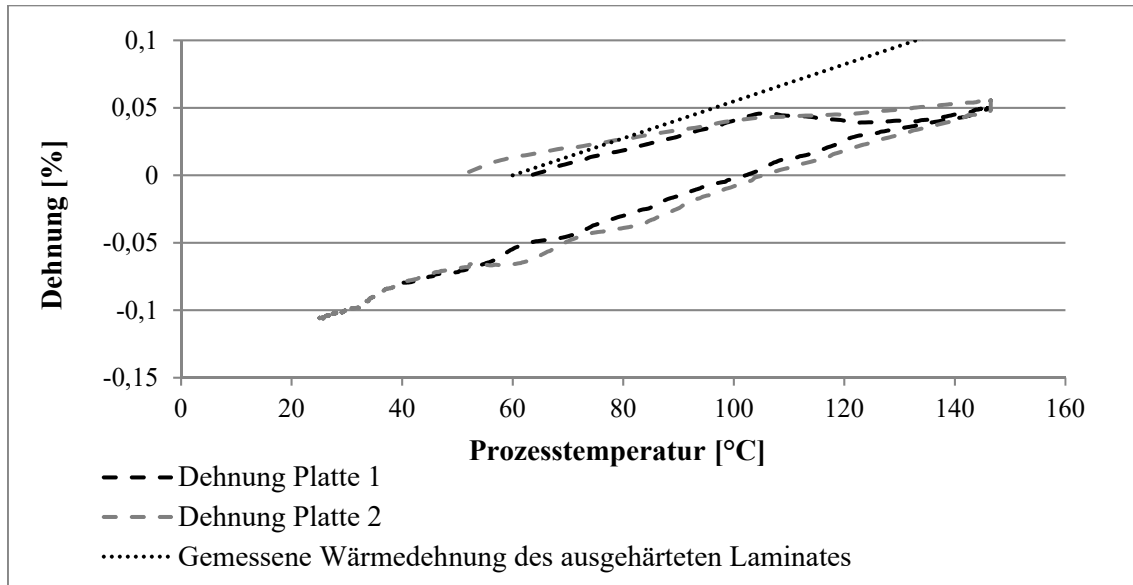


Abbildung 6.6: Gemessene Dehnungen an ebenen Platten im Temperprozess über der Materialtemperatur

Zu Beginn des Temperprozesses liegt die Glasübergangstemperatur nach Tabelle 6.3 bei ca. 62 °C. Mit dem Anstieg der Temperatur schreitet die Aushärtung weiter voran und auch die aktuelle Glasübergangstemperatur steigt an. Bei ca. 70 °C ist im Diagramm ein leichtes Abknicken im Dehnungssignal zu erkennen. Hier überschreitet die Aushärtetemperatur die aktuelle Glasübergangstemperatur der Matrix.

Im Bereich zwischen 70 °C und 105 °C spielt auch die Interaktion zwischen Laminat und Grundplatte noch eine Rolle. Dies führt zu einem weiteren linearen Anstieg mit geringerer Steigung. Oberhalb von 105 °C wird ein maximaler Dehnungswert von ca. 0,05 % erreicht, der trotz des weiteren Anstieges der Aushärtungstemperatur stagniert. Ab dem Unterschreiten der maximalen Glasübergangstemperatur im Abkühlprozess liegt ein lineares Dehnungsverhalten vor, das dem gemessenen Wärmeausdehnungskoeffizienten des Laminates entspricht. Am Ende des Temperprozesses weist Platte 2 bei Raumtemperatur eine Dehnung von -0,1055 % auf. Nach den Gleichungen 6.1- 6.3 und unter Berücksichtigung der Materialkennwerte aus Tabelle 6.1 errechnen sich daraus eine theoretische Temperaturdifferenz von 70,8 °C und eine resultierende Spannung von 19,53 MPa. Dieser Spannungswert liegt zwischen denen, die Balvers [120] für GFK-Laminat mit Epoxidharzmatrix bei Härtungstemperaturen von 100 °C und 160 °C ermittelt hat.

6.1.4 Diskussion

Mit Blick auf das übergeordnete Ziel des Vergleichs der resultierenden Spannungen aus dem Korrekturprozess mit denen eines konventionell getemperten Bauteiles zeigt sich, dass der Versuchsaufbau dies leisten kann. Darüber hinaus kann aus den Ergebnissen abgeleitet werden, dass auch die FBG-Sensoren in der Lage sind, eine Veränderung des Materialzustandes der Matrix zu detektieren. Von Hein [28] parallel zu diesem Versuch durchgeführte Berechnungen zeigen, dass das komplexe Materialverhalten einschließlich der Interaktion zwischen Laminat und Werkzeug mithilfe einer numerischen Simulation abgebildet werden kann. Dies ist dann wichtig, wenn Strategien zur Geometriekorrektur im Temperprozess für komplexe Bauteile entwickelt

werden sollen. Mit Blick auf den Korrekturprozess und dessen Verformungsmechanismen ist auch die Dehnungsmessung quer zur Faser interessant. Dies ist mit dem vorliegenden Setup aber nicht zufriedenstellend möglich. Geernaert et al. [121] schlagen für diesen Anwendungsfall in Faserrichtung mikrostrukturierte Lichtwellenleiter mit integrierten Fiber-Bragg-Gittern vor. Diese ermöglichen die gleichzeitige, präzise Erfassung von Längs- und Querdehnung.

Der Versuch liefert mit der aus der Dehnung berechneten Spannung von 19,53 MPa einen Referenzwert für diesen speziellen Lagenaufbau und Aushärteprozess. Insbesondere der größere Unterschied der Wärmeausdehnungskoeffizienten zwischen Kohlenstofffasern und Epoxidharz lässt es nicht zu, die Erkenntnisse zum Aufbau der Spannungen direkt auf ein CFK-Laminat zu übertragen. Sowohl am Gelpunkt während der Voraushärtung als auch im Plateaubereich des Temperschlittes werden hier Unterschiede erwartet. Die Tool-Bauteil-Interaktion wird hier nicht detailliert betrachtet, die in [118] beschriebenen, umfangreicheren Untersuchungen zeigen aber, dass sie im vorliegenden Fall keinen direkten Einfluss auf den Betrag der resultierenden Dehnung hat.

Für das GFK-Laminat zeigt der Versuch, dass die Temperatur und der Spannungszustand, die zum Zeitpunkt der mechanischen Verbindung von Faser und Matrix, also während des Gelierens vorliegen, einen entscheidenden Einfluss auf die resultierenden Eigenspannungen haben. Das verwendete Epoxidharz lässt zum Beispiel zur Reduzierung der Prozesszeit eine einstufige Aushärtung bei 150 °C zu. Dies würde die auftretenden Dehnungen deutlich erhöhen.

Um das Ergebnis weiter abzusichern ist es sinnvoll, die Dehnungen in den Probenplatten mit einem weiteren Verfahren zu überprüfen. Hier bietet sich die Bohrlochmethode nach ASTM E837-13a [122] an. Hierfür werden Dehnungsmesstreifen radial um einen Punkt auf der Platte befestigt. Danach wird dieser Punkt ausgebohrt, während die Veränderungen der Dehnungen im Umfeld aufgezeichnet werden. Schajer und Yang [123] und Lake et al. [124] beschreiben die Anwendung dieses Verfahrens an orthotropen Werkstoffen. Eine Messung in den verschiedenen Laminebenen ist mit diesem Verfahren ohne Weiteres nicht möglich.

6.2 Eigenspannungen von im Temperprozess plastisch verformten Bauteilen

Der folgende Abschnitt soll die Frage beantworten, ob und in welchem Umfang durch die Verformung im Temperprozess die resultierenden Spannungen im Laminat nach der Aushärtung beeinflusst werden. Dafür wird der im vorhergehenden Kapitel ermittelte Eigenspannungswert mit dem einer Platte verglichen, die im Temperprozess verformt wurde. Um die Vergleichbarkeit zu gewährleisten, werden der beschriebene Versuchsaufbau, die Materialauswahl, der Laminataufbau und die Temperaturführung beibehalten. Damit geht allerdings einher, dass mit einem geringen Umformpotenzial des Laminates gerechnet wird, da hier unidirektionales Gelege mit 50 % Anteil in 0°-Orientierung verwendet wird.

6.2.1 Versuchsplan

Zur Quantifizierung der durch das Umformen induzierten makroskopischen Eigenspannungen wird ein einfach gekrümmtes Panel aus LY564 / Aradur 22962 [85] und einem Glasfasergelege mit einem Flächengewicht von 600 g/m² aus Rovings des Typs SE 1500 [119] gefertigt. Der Lagenaufbau gleicht mit [(90/0)₂]_s dem der ebenen Probenplatten. Die Wandstärke nach der Aushärtung beträgt auch hier 3,3 mm. Um den Einfluss der Verformung erfassen zu können, werden die FBG-Dehnungssensoren nicht in der neutralen Faser, sondern auf beiden Seiten in den äußeren 0°-Lagen positioniert. Davon abgesehen entspricht der Aufbau Tabelle 6.2.

Die Harzinfusion und die Voraushärtung erfolgen mithilfe eines gekrümmten Stahlwerkzeuges bei 60 °C im selben Laborofen, der auch bei den vorangegangenen Versuchen genutzt wurde. Die Prozessführung entspricht Abbildung 6.2. Nach der Voraushärtung wird das Versuchspanel einschließlich der gesamten Sensorik aus dem gekrümmten Formwerkzeug entnommen. Eine Abbildung des Fertigungsaufbaus ist in Anhang G angehängt. Die Möglichkeit zur Verformung wird durch einen Vakuumaufbau auf einer ebenen PTFE-Platte realisiert. Der Aufbau mit dem Versuchspanel unter der Vakuumfolie wird im Laborofen positioniert und der Temperprozess startet. Nach dem Überschreiten der Glasübergangstemperatur wird der Aufbau evakuiert und das gekrümmte Panel wird in eine ebene Form gezwungen. Die Kunststoffplatte dient dabei dazu, die Reibung bei der Verformung zu reduzieren und eine ungleichmäßige Temperaturverteilung zu verhindern. Am Ende der Haltephase wird der Aufbau wieder belüftet und die aufgebrachte Verformung damit zurückgenommen. Das Abkühlen findet auch hier durch natürliche Konvektion statt.

Nach Holzmann et al. [125] S. 188 kann die Randfaserdehnung ε_x für ein zylinderförmiges Panel nach der folgenden Formel berechnet werden:

$$\varepsilon_x = \frac{1}{r_0} * z \quad 6.4$$

Dabei sind:

r_0 Biegeradius der neutralen Faser

z Abstand der Randfaser zur neutralen Faser

Die folgende Abbildung zeigt schematisch die Lage der FBG-Sensoren im gekrümmten Panel.

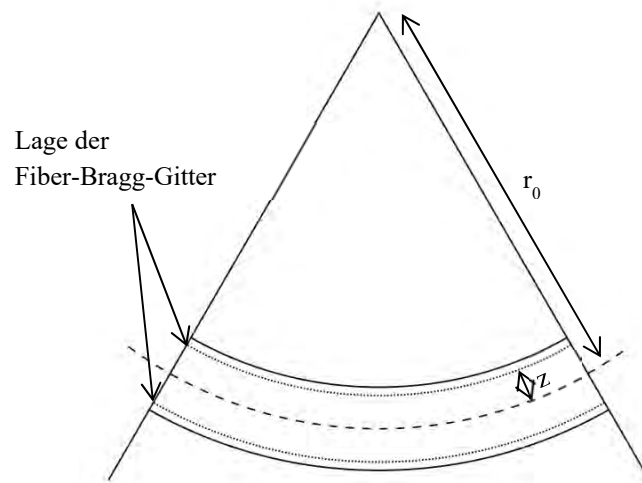


Abbildung 6.7: Schnittskizze zum Versuchsaufbau zur Bestimmung der Eigenspannungen plastisch verformter Bauteile

Die Bestimmung des tatsächlichen Radius des Formwerkzeuges erfolgt nach dem in Abbildung 4.29 beschriebenen Prozess durch Einpassen eines Fittingzylinders in die optisch erfassten Geometriedaten des Werkzeuges. Der auf diesem Weg ermittelte Ist-Radius beträgt 2079 mm. Der Abstand z beträgt 1,2375 mm, r_0 ergibt sich mit der halben Laminatwandstärke zu 2077,35 mm.

6.2.2 Ergebnisse der Dehnungsmessung

Zu Beginn des Infusionsprozesses steigt die Leitfähigkeit mit Ankunft des Harzes am DEA-Foliensensor sprunghaft an. Das Dehnungssignal wird während des Druckausgleichs durch die Infusion aufgrund der Querempfindlichkeit auf Dehnungen quer zur Messrichtung beeinträchtigt. Im Vergleich zur Voraushärtung der ebenen Platten steigt die Temperatur hier wegen der exothermen Aushärtereaktion um ca. 3 °C mehr an. Dies ist darauf zurückzuführen, dass das gekrümmte Werkzeug eine geringere Wärmekapazität als die ebene Stahlplatte besitzt. Am Ende der Haltephase stellt sich eine Temperatur von 66 °C ein.

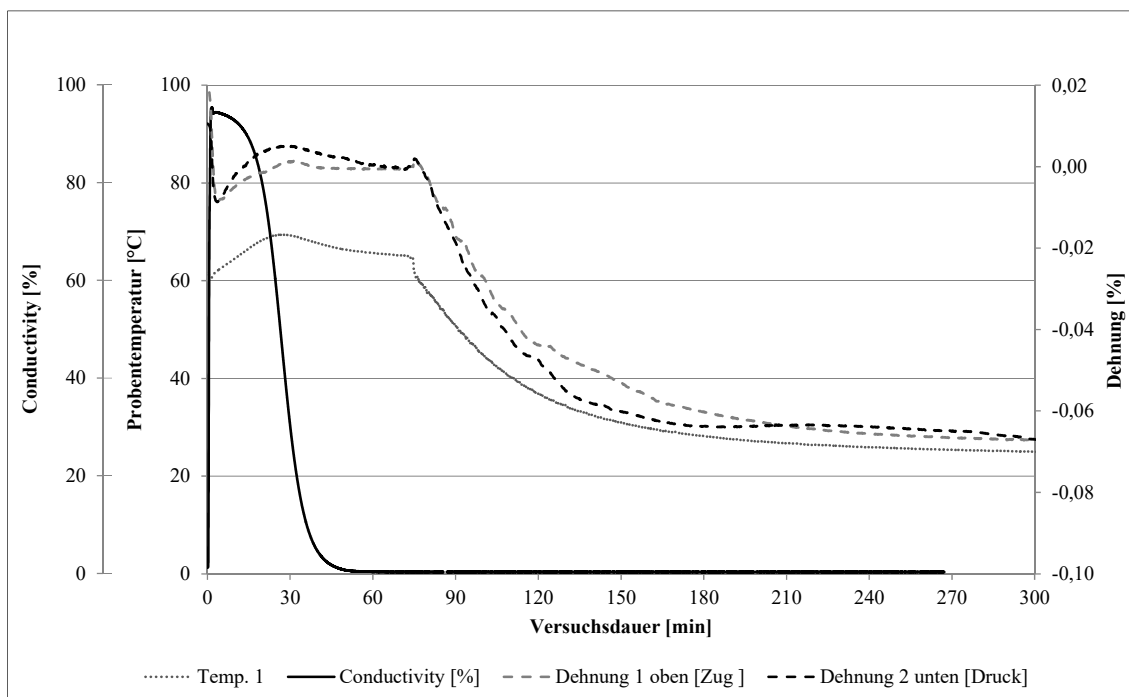


Abbildung 6.8: Messergebnisse des Voraushärtprozesses zur Ermittlung der Eigenspannungen am gekrümmten Panel

Wie bei den ebenen Versuchsplatten wird die Dehnungsmessung mit dem Überschreiten des Gelpunktes auf null gesetzt. Das Abkühlen erfolgt durch natürliche Konvektion im geöffneten Laborofen. Zum Ende des Voraushärtprozesses bei Raumtemperatur betragen Dehnung 1 -0,0672 % und Dehnung 2 -0,0670 %. Dies ist im Vergleich zu den ebenen Platten geringfügig niedriger, was auf die leicht höhere Temperaturdifferenz zwischen der Aushärtetemperatur am Gelpunkt und der Raumtemperatur zurückzuführen ist.

Nach der Entnahme aus dem Werkzeug und vor dem Temperprozess wird das gekrümmte Panel zur Überprüfung der Lage und Orientierung der Sensoren einer elastischen Verformung unterzogen. Das folgende Diagramm zeigt die während dieser Überprüfung aufgenommenen Dehnungswerte.

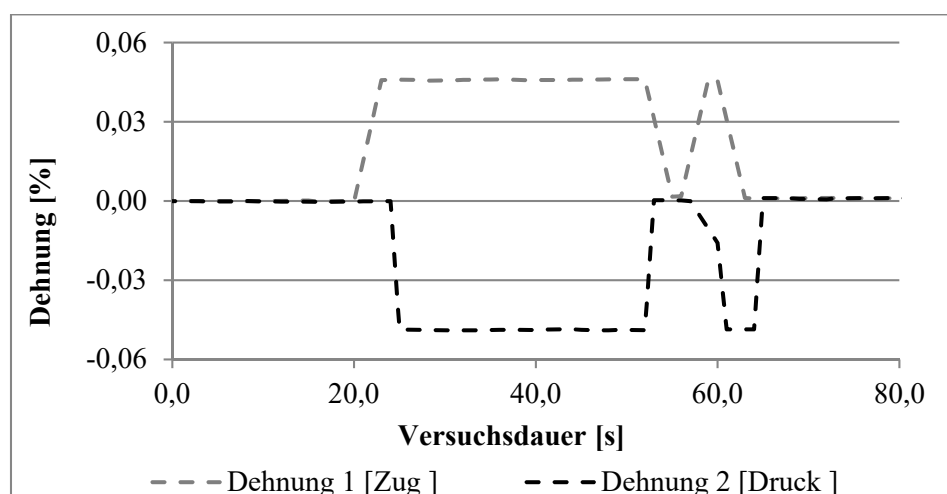


Abbildung 6.9: Dehnungswerte der elastischen Verformung des gekrümmten Versuchspanels

Die Dehnungswerte von Druck- und Zugseite des Panels sind plausibel und weisen näherungsweise denselben Betrag auf.

Das folgende Diagramm zeigt die während des Temperprozesses erfassten Messwerte.

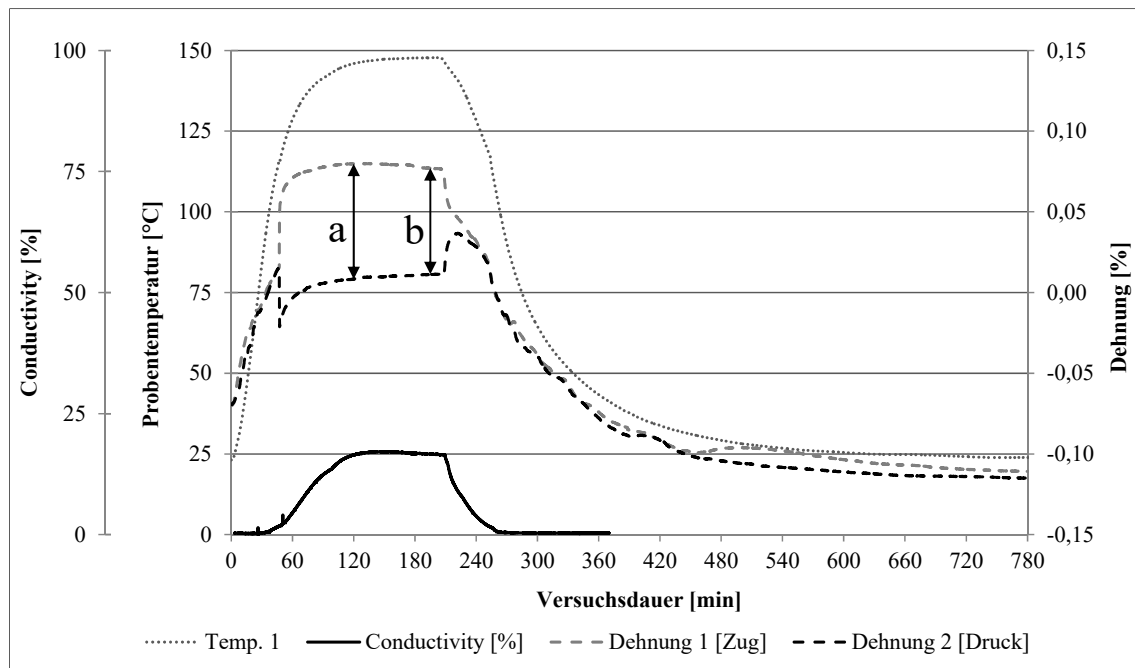


Abbildung 6.10: Messergebnisse des Temperprozesses zur Ermittlung der Eigenspannungen am gekrümmten Panel

Zu Beginn des Temperprozesses steigen die Dehnungen zusammen mit der Bauteiltemperatur an. Nach etwa 60 Minuten zeigt das DEA-System das Erweichen der Matrix an. An dieser Stelle wird die Verformung auf das Panel aufgebracht. Im Diagramm gehen die beiden Dehnungen sprunghaft auseinander und man kann klar Druck- und Zugseite voneinander unterscheiden. Der weitere Temperaturanstieg bis zur maximalen Aushärtetemperatur ist gleichermaßen in beiden Dehnungssignalen zu erkennen. Am Ende der Plateauphase wird die Dehnung zurückgenommen und der Abkühlvorgang beginnt. Der Sprung der Dehnungen am Ende der Verformung zeigt, dass hier ein sehr hoher elastischer Anteil und damit nur eine geringe Umsetzung vorliegen. Der Abfall der Leitfähigkeit bestätigt den Übergang in den glasartigen Zustand. Der Bereich, in dem die plastische Verformung im Prozess stattfindet, ist im Diagramm mit den Buchstaben a und b gekennzeichnet. Man erkennt hier, dass sich die Dehnungen trotz gleichbleibender Temperatur aufeinander zu bewegen. Dies ist auf die Möglichkeit zur Relaxation im gummielastischen Materialzustand zurückzuführen. Tabelle 6.4 beinhaltet die jeweiligen Dehnungswerte an den beiden Messpunkten.

| | Dehnung 1 / Zug [%] | Dehnung 2 / Druck [%] | Differenz [%] |
|----------|---------------------|-----------------------|---------------|
| a | 0,0798 | 0,0083 | 0,0715 |
| b | 0,077 | 0,0113 | 0,0657 |

Tabelle 6.4: Entwicklung der aufgetragenen Dehnung in der Plateauphase des Temperprozesses

Aus der Tabelle geht hervor, dass der Unterschied zwischen den Vergleichsstellen a und b 0,0058 % beträgt. Das heißt, bei gleichbleibender Verformung und Temperatur gingen die Dehnungen in diesem Bereich um diesen Gesamtbetrag zurück.

Im folgenden Diagramm sind die Dehnungswerte über der Materialtemperatur aufgetragen.

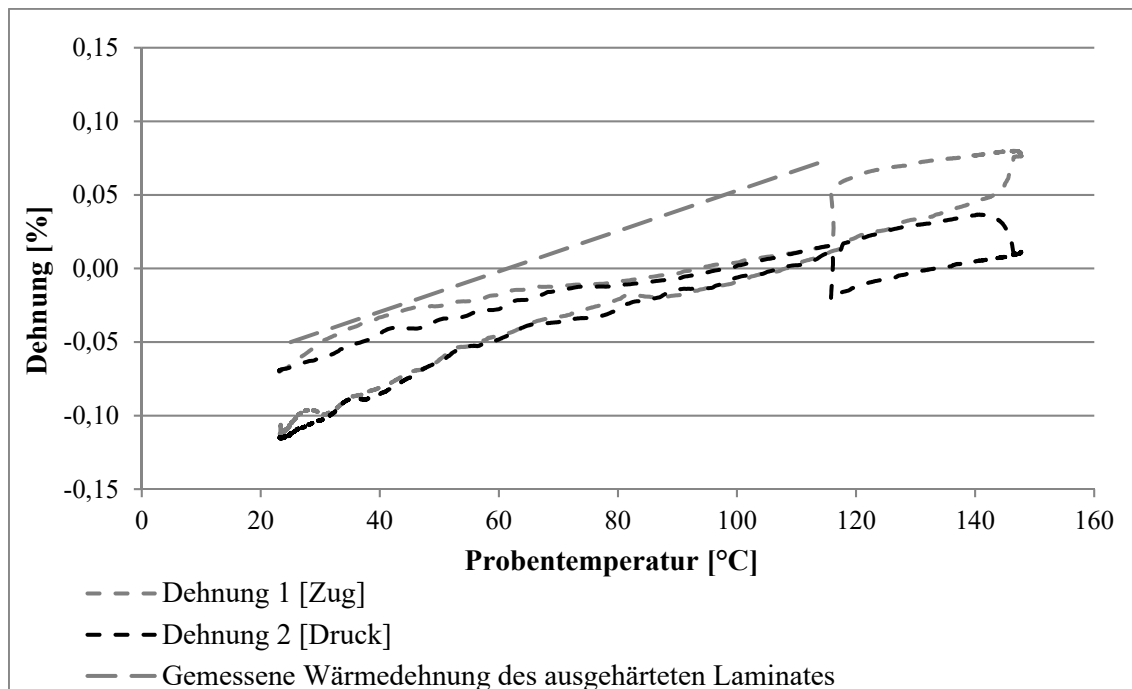


Abbildung 6.11: Gemessene Dehnung am gekrümmten Panel im Temperprozess über der Materialtemperatur

Sieht man von der aufgebrachten Verformung ab, so ähnelt der Verlauf sehr stark dem von Platte 2 aus Abbildung 6.6 des vorhergehenden Versuches. Das spätere Passieren der Nullschwelle der Dehnungssignale ist auf die im Vergleich leicht höhere Temperatur während der Voraushärtung zurückzuführen. Die Relaxation ist in dieser Aufbereitung weniger gut zu erkennen. Was sich dagegen zeigt ist der sowohl mit Blick auf die Zeit als auch auf die Temperaturdifferenz lange Prozess des Rückstellens.

Die aus dem Temperprozess mit Verformung resultierenden Dehnungen liegen bei -0,1057 % auf der Zugseite und -0,1120 % auf der Druckseite. Die Ergebnisse sind in der folgenden Tabelle zusammengefasst.

| | Dehnung 1 / Zug | Dehnung 2 / Druck | Mittelwert |
|--|-----------------|-------------------|------------|
| Dehnung nach Initial Cure bei RT [%] | -0,0672 | -0,0670 | -0,0671 |
| Dehnung nach Post Cure bei RT [%] | -0,1057 | -0,1120 | -0,1089 |
| Spannungen nach Post Cure bei RT [MPa] | 19,56 | 20,72 | 20,14 |

Tabelle 6.5: Zahlenwerte zu den Messungen der Dehnungen unter Verformung im Temperprozess

Zieht man die oben genannten Dehnungen zur Berechnung der Spannungen im Laminat nach den Gleichungen 6.1 bis 6.3 heran, so ergibt sich für die Zugseite eine Spannung von 19,56 MPa und für die Druckseite eine Spannung von 20,72 MPa.

6.2.3 Ergebnisse der Umformung

Aus der optischen Vermessung des Panels nach dem Temperprozess geht ein Radius von 2212 mm hervor. Bei einem gemessenen Werkzeugradius von 2079 mm bedeutet das, dass durch die Verformung der Radius des Panels um 133 mm aufgeweitet wurde. Die folgende Skizze zeigt, dass eine so relativ geringe Verformung bei einer Schale mit einer Bogenlänge von einem Meter schon zu einer Verschiebung der Bauteilkante von 14,2 mm führen würde.

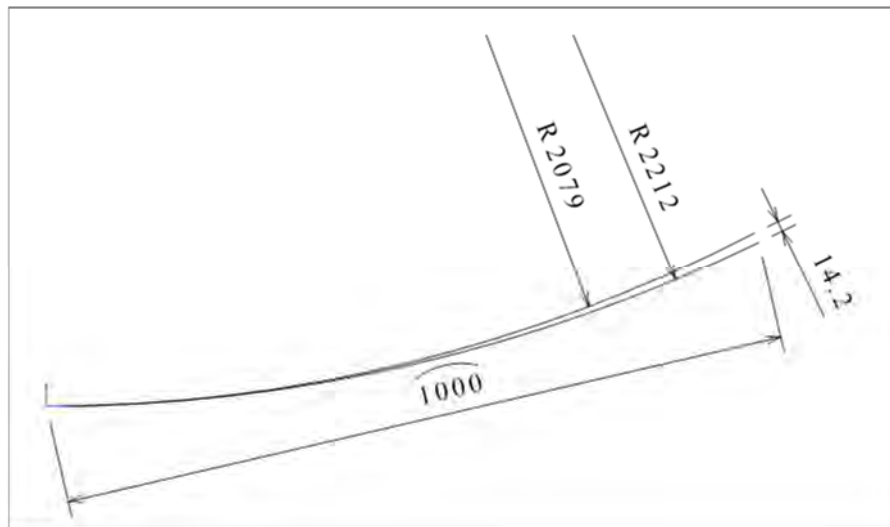


Abbildung 6.12: Aus der Verformung des Panels resultierende Verschiebung der Kante bei einer Bogenlänge von einem Meter

Mit den in der Abbildung angegebenen Radien und Formel 6.4 ergibt sich eine im Verformungsprozess umgesetzte Dehnung in der Ebene der FBG-Sensoren von $\varepsilon_u = 0,00358 \%$. Setzt man dies ins Verhältnis zur aufgetragenen Verformung, so erhält man eine Umsetzung von 6 %. Diese ist deutlich niedriger als die in Tabelle 4.6 festgehaltenen Werte für 0/90-Lamine aus Gewebe. Der Wert der umgesetzten Dehnung liegt über dem, der aus Abbildung 6.10 zwischen den Punkten a und b ermittelt wurde. Dies liegt daran, dass dieser Bereich zur Veranschaulichung des Relaxationseffektes gewählt wurde, da sich die Dehnungen hier offensichtlich annähern und die Temperatur stabil ist. Das bedeutet aber nicht, dass die gesamte Verformung nur in diesem Bereich stattfindet.

6.2.4 Diskussion der Ergebnisse

Betrachtet man die Ergebnisse der Dehnungsmessung nach dem Temperprozess in Abbildung 6.11, so ist die Diskrepanz zwischen den Werten von Zug- und Druckseite während des Abkühlens von 31 °C bis 23 °C auffällig. Über die restliche Temperaturspanne des Abkühlprozesses liegen die Werte nahe beieinander. Geht man davon aus, dass die neutrale Faser nicht verschoben ist und dass die Steifigkeiten auf beiden Seiten gleich sind, dann müsste eine solche Dehnungsänderung in beiden Signalen zu sehen sein. Hinzu kommt, dass sich die Dehnungswerte wie in Abbildung 6.10 gezeigt unterhalb von 25 °C wieder annähern. Hier ist bei Dehnung 1 von einem nicht dokumentierten äußeren Einfluss oder einem Messfehler auszugehen.

Bei der Auswertung der Messdaten und der erzielten Verformung wurde der Spring-In-Effekt nicht berücksichtigt. Dieser wirkt der hier angestrebten Vergrößerung des Panelradius entgegen. Auf Basis der Dehnungsmessungen kann der Anteil jedoch nicht quantifiziert werden. Eine Wiederholung des Versuches mit einem gekrümmten Panel aber ohne aufgebrachte Verformung würde hier eine Möglichkeit zur Bewertung des Einflusses des Spring-In-Effektes bieten.

Betrachtet man in Abbildung 6.10 den Bereich in dem die Umsetzung der elastischen Dehnung in plastische Verformung stattfindet so zeigt sich, dass die Zeitspanne die hierfür benötigt wird relativ lang ist. Bei der relativ geringen Umsetzung die mit dem Prozess erzielt wurde bedeutet das, dass bei diesem Laminat und dieser Prozessführung keine schnellen Verformungsprozesse mit einer Verformung in einer nutzbaren Größenordnung möglich sind. Dies bestätigt zum einen die Annahme, dass UD-Lamine mit einem hohen 0° -Anteil eher ungeeignet für die Umformung im Temperprozess sind. Zum anderen spricht es dafür, das Erweichen sehr früh im Prozess auszulösen und die Verformung damit früh aufbringen zu können.

Mithilfe der Dehnungsmessungen konnte in diesem Versuch das Rückfedern des Laminats nach dem Verformungsprozess aufgezeichnet werden. Dies war in den Vierpunktbiegeversuchen nicht möglich. Abbildung 6.10 zeigt, dass es mehrere Minuten dauert, bis sich die beiden Dehnungssignale angleichen. Hier muss überprüft werden, inwiefern diese Rückstellzeit abhängig vom Lagenaufbau und des Zeitpunktes der Verformung mit Blick auf den Aushärtegrad ist. Ein zügiges Rückfedern ist eine Voraussetzung für einen Korrekturprozess mit mehreren Einzelschritten.

6.3 Zusammenfassung der Untersuchung der prozessinduzierten Spannungen

Die durchgeführten Dehnungsmessungen zeigen klar eine Änderung im Wärmeausdehnungsverhalten des teilausgehärteten Laminates beim Überschreiten der aktuellen Glasübergangstemperatur. Im glasartigen Bereich ähnelt das Verhalten dem eines vollständig ausgehärteten Laminates. Beim Übergang in den gummielastischen Bereich verliert der Matrixwerkstoff an Einfluss und das Wärmedehnungsverhalten der Glasfaser dominiert. Dies deckt sich mit dem in Kapitel 4.1 beschriebenen Einbruch der Steifigkeit der Matrix beim Überschreiten der Glasübergangstemperatur. Ein Spannungsarm-Tempern durch Überschreiten der maximalen Glasübergangstemperatur ist bei einem solchen Verbund mit Halbzeugen unterschiedlicher Wärmeausdehnungseigenschaften nicht ohne Weiteres möglich. Das liegt daran, dass der entscheidende Teil der Spannungen erst beim Abkühlen aufgebaut wird.

Durch den Versuchsaufbau wurde es möglich, die prozessinduzierten Spannungen für dieses Laminat und diesen Aushärteprozess zu quantifizieren. In der folgenden Tabelle sind die Ergebnisse der Messungen an den ebenen Platten und am gekrümmten Panel zusammengefasst.

| | eben | gekrümmt | |
|--|---------|-----------|-----------|
| | | Dehnung 1 | Dehnung 2 |
| Dehnung nach Initial Cure bei RT [%] | -0,0563 | -0,0672 | -0,0670 |
| Dehnung nach Post Cure bei RT [%] | -0,1055 | -0,1057 | -0,1120 |
| Spannungen nach Post Cure bei RT [MPa] | 19,53 | 19,56 | 20,72 |

Tabelle 6.6: Zusammenfassung der Ergebnisse aus den Dehnungsmessungen zur Bestimmung der prozessinduzierten Spannungen

Nimmt man für das gekrümmte Panel nach dem Temperprozess bei Raumtemperatur einen Mittelwert von 20,14 MPa als Spannungswert an, so liegt dieser lediglich 3,1 % über dem Referenzwert der ebenen Platte. Zieht man den Maximalwert von 20,72 MPa heran, so sind es 6,1 %. Berücksichtigt man das leicht höhere Dehnungsniveau des gekrümmten Panels nach der Voraushärtung, so lässt sich auf Basis dieses Versuches kein klarer Einfluss des Verformungsvorganges auf die aus dem Aushärteprozess resultierenden Spannungen nachweisen. Weiteren Aufschluss kann hier zum einen eine Wiederholung des Experiments mit einer größeren Zahl an Messstellen, insbesondere in Z-Richtung, geben. So wäre es möglich, ein besseres Verständnis zum Aufbau der Spannungen über die verschiedenen Laminatschichten hinweg zu entwickeln. Zum anderen hat Hein [28] gezeigt, dass auch die Prozesssimulation in der Lage ist, diese Fragen zu beantworten. Hier wäre eine virtuelle Überprüfung des Prozesses auf Basis der Messdaten aus dem Versuch am gekrümmten Panel denkbar und sinnvoll.

Abschließend muss festgehalten werden, dass die aus dem Aushärteprozess unter erhöhter Temperatur resultierenden Spannungen im Verbund beim Prozessentwurf nicht vernachlässigt werden dürfen.

7. Zusammenfassung und Ausblick

Nachdem in den jeweiligen Teilabschnitten die einzelnen Arbeitshypothesen betrachtet wurden, wird nun die übergeordnete Forschungshypothese geprüft.

Ein epoxidbasiertes Laminat kann zur einzelfallbezogenen Geometrie Anpassung abhängig vom Aushärtegrad in Grenzen plastisch korrigiert werden, die Beeinträchtigung der mechanischen Eigenschaften des Materials bleibt dabei kontrollierbar.

So wurde herausgearbeitet, dass das Verhalten der Epoxidharzmatrix beim Überschreiten der Glasübergangstemperatur im Aushärteprozess die Möglichkeit zur plastischen Verformung

eröffnet. Am Beispiel von glasfaserverstärkten Laminaten wurde gezeigt, dass hinsichtlich der umsetzbaren Verformung Grenzen existieren, die in erster Linie von der Art des verwendeten Faserhalbzeuges und vom vorliegenden Lagenaufbau abhängen. Die Ergebnisse des Reinharzzugversuches und des Fiber Push-Out Versuches zeigen jeweils eine Beeinträchtigung einzelner Materialeigenschaften durch die Temperaturführung und die aufgebrachte Verformung. Insbesondere der Zeitpunkt des Überschreitens der Glasübergangstemperatur und des Aufbringens der Verformung spielt hier eine Rolle. Im Schubzugversuch am Laminat kann dieser Einfluss nicht zweifelsfrei nachgewiesen werden. Hier deutet lediglich die erhöhte Streuung der Schubfestigkeit der umgeformten Proben auf eine Beeinträchtigung hin. Das in der Arbeit vorgestellte System zur Überwachung des Aushärteverlaufes und die Materialcharakterisierung erlauben eine zuverlässige Kontrolle des Zeitpunktes und der Dauer des Überschreitens der Glasübergangstemperatur. Dies ermöglicht im nächsten Schritt weitere Materialversuche an Proben, die einer komplexeren Temperaturführung unterzogen wurden. Diese Versuche sind notwendig, um die Auswirkungen auf das Laminat noch genauer untersuchen zu können.

7.1 Grenzen des Konzepts und notwendige Schritte

Aufgrund der niedrigeren maximalen Aushärtetemperatur, des breiten Temperaturfensters für den Aushärteprozess und der relativ niedrigen Viskosität auch bei niedrigen Temperaturen wurde LY564 / Aradur 22962 für die Versuchsreihe gewählt. Darüber hinaus erarbeitete Hein [28] parallel ein Materialmodell dieses Systems. Auf Basis der Charakterisierung und der vorgeschlagenen Prozessführung sollten im nächsten Schritt aufgrund der Relevanz für die Luftfahrtbranche weitere Versuche mit Hexcel RTM6 1K durchgeführt werden. Besonders wichtig ist hier die DMA-Untersuchung, um das Kriterium zur Detektion des Erweichens für dieses Harzsystem zu überprüfen. Die mit diesem Korrekturprozess in plastische Verformung umsetzbaren elastischen Dehnungswerte sind abhängig vom Laminataufbau teilweise sehr gering. Trotzdem können diese gerade bei größeren, schalenförmigen Bauteilen ausreichen, um auftretende Geometrieabweichungen korrigieren zu können. Als Beispiel wird hier wieder die in Kapitel 2.3 vorgestellte Flügelschale herangezogen. Dort wurde für eine kleine Serie gleicher Faserverbundbauteile die mittlere geometrische Abweichung an festgelegten Messpunkten bestimmt. Es wird angenommen, dass diese durch Maßnahmen im Vorfeld kompensiert werden kann, der Herstellungsprozess aber trotzdem gewisse bauteilindividuelle Schwankungen aufweist. Dies spiegelt sich in der Standardabweichung der mittleren geometrischen Abweichung wider. Die folgende Tabelle enthält die nach Gleichung 6.4 unter Berücksichtigung einer Bauteilwandstärke von 4 mm berechneten Randfaserdehnungen, die notwendig sind, um Abweichungen an der Hinterkante im Bereich $\pm 1\sigma$ zu korrigieren.

| Messpunkt | Standardabweichung am Messpunkt | Umzusetzende Randfaserdehnung |
|-----------|---------------------------------|-------------------------------|
| Pt 9 | 0,677 mm | 0,00064 % |
| Pt 10 | 0,564 mm | 0,00053 % |

Tabelle 7.1: Notwendige Verformungen zur Geometriekorrektur der Flügelschalen aus Kapitel 2.3

Es zeigt sich, dass die benötigte, umzusetzende Randfaserdehnung selbst mit dem 0/90-Laminat aus den Eigenspannungsuntersuchungen in Kapitel 6.2.3 realisierbar wäre. Dies gilt auch noch für den Bereich $\pm 2\sigma$. Eine größere Herausforderung als die erzielbaren Umformungen stellt die erreichbare Genauigkeit dar. Die in Kapitel 4.3 ermittelten Abweichungen sind zwar in Bezug auf die aufgebrachten maximalen Dehnungen relativ gering, es kann aber nicht ohne Weiteres davon ausgegangen werden, dass diese bei niedrigeren aufgebrachten Dehnungen auch geringer ausfallen. Darüber hinaus erschweren die in Kapitel 4.3.3 beschriebenen Probleme bei der optischen Vermessung schalenförmiger Bauteile die Ermittlung der erzielbaren Genauigkeit. Für zukünftige Versuche ist es hier sinnvoll, im Vorfeld Vermessungsstrategien zu entwickeln, die die optische Vermessung entweder durch feste Referenzen oder taktile Messungen unterstützen.

Wie aus den Materialversuchen hervorgeht, sollte im nächsten Schritt ein komplexerer Temperprozess mit einer variablen Heizrate untersucht werden. Dies verspricht eine minimale Beeinträchtigung der Materialeigenschaften bei gleichzeitiger Verformbarkeit zu einem günstigen Zeitpunkt relativ früh im Aushärteprozess. Geeignet hierfür ist der Versuchsaufbau des hier vorgestellten aktiven Vierpunktbiegeversuches im Temperprozess. Eine komplexere Temperaturführung im Temperprozess würde allerdings auch den Aufwand für die Geometriekorrektur noch weiter steigern. Es handelt sich hier um einen relativ langen Aushärteprozess, bei dem die Vorteile einer zweistufigen Aushärtung nicht genutzt werden können. So ist das Formwerkzeug zwar nur für den Voraushärteprozess belegt, danach wird allerdings eine noch deutlich komplexere Vorrichtung mit aufwändiger Messtechnik benötigt. Ein paralleles Tempern und Korrigieren mehrerer Bauteile ist zwar theoretisch denkbar, mit dem aktuellen Wissensstand aber noch nicht realisierbar. Die Geometriekorrektur im Temperprozess nach dem vorgeschlagenen Prozess ist also wirtschaftlich sinnvoll nur für sehr kostenintensive Komponenten anwendbar, bei denen die Anforderungen an die Geometrietreue die Kosten rechtfertigen können. Mit dem Blick auf größere und komplexere Bauteile wird eine prozessbegleitende Simulation des Bauteilverhaltens notwendig werden. Nur so können Kopplungen bei der Verformung erkannt und genutzt oder vermieden werden. Zusätzlich wird es dadurch möglich, die Anzahl der Hardware-Sensoren zu reduzieren und diese durch virtuelle zu ersetzen.

7.2 Zusammenfassung

Für die vorliegende Arbeit wurden zu Beginn zwei Ziele definiert. So sollte zum einen ein neuer Weg zur Herstellung von Faserverbundbauteilen mit sehr hohen Anforderungen an die Maßhaltigkeit vorgestellt werden. Zum anderen sollte herausgearbeitet werden, dass die Temperaturführung während der Aushärtung der Epoxidharzmatrix einen entscheidenden Einfluss auf die Materialeigenschaften besitzt. Dafür wurden mit Huntsman LY564 / Aradur 22962 und Hexcel RTM6 1K zwei geeignete Harzsysteme identifiziert und charakterisiert. Für beide wurden Vorschläge für die Temperaturführung zur Umsetzung eines zweistufigen Aushärteprozesses mit der Möglichkeit zur Geometriekorrektur erstellt. Zur Beschreibung des Materialverhaltens beim Überschreiten der Glasübergangstemperatur während der Aushärtung wurde LY564 / Aradur 22962 in einer dynamisch-mechanischen Analyse mit paralleler dielektrischer Aushärteüberwachung untersucht. Mithilfe dieses Versuches konnte gezeigt werden, dass das Erweichen des Epoxidharzes sicher erfasst werden kann, was eine grundlegende Voraussetzung für die Automatisierung des Korrekturprozesses darstellt. Um die Grenzen der Verformung im Temperprozess ermitteln zu können wurden Laminatproben in einem Biegeversuch übermäßig stark verformt. So konnten die Schädigungsarten mithilfe eines

Mikroskops sichtbar gemacht werden. Darüber hinaus konnten aus den Versuchsdaten Grenzwerte für die zulässige Umformung in Abhängigkeit des Laminataufbaus für die genutzte Halbzeugkombination abgeleitet werden. Der Versuchsaufbau des aktiv angesteuerten Vierpunktbiegeversuches selbst diente als Integrationsprüfstand für die für den Korrekturprozess benötigten Sensor- und Aktorelemente. Der Einfluss der Temperaturführung auf die Werkstoffeigenschaften wurde zuerst an Reinharzzugproben untersucht. Hier zeigte sich, dass eine ungünstige Temperaturführung die Bruchdehnung des Epoxidharzes signifikant reduzieren kann. Das Gleiche konnte auch für das Interface zwischen Faser und Matrix im Fiber Push-Out Versuch nachgewiesen werden. Ein klarer Impact auf die Ergebnisse des Schub-Zugversuches war dagegen nur bei den unvollständig ausgehärteten Proben sichtbar. Die Unterschiede zwischen den getemperten Probensätzen waren hier nicht groß genug, um eine fundierte Aussage über den Einfluss der Temperaturführung treffen zu können. An dieser Stelle sind weitere Materialversuche notwendig. Durch die Kombination der dielektrischen Aushärtegradüberwachung mit der Dehnungsmessung über Fiber-Bragg-Gitter konnte der Aufbau von prozessinduzierten Eigenspannungen im Glasfaserlaminat nachvollzogen werden. Im ersten Schritt konnte so ein Referenzwert für die Spannungen nach einem zweistufigen Temperprozess ermittelt werden. Im zweiten Schritt wurden dann die Spannungen für ein im Temperprozess verformtes Laminat mit der Referenz verglichen. Hier konnte in den Dehnungswerten zum einen der Vorgang der plastischen Verformung identifiziert werden, zum anderen zeigte sich kein signifikanter Anstieg der prozessinduzierten Spannungen durch die Umformung. Fasst man die Material- und Eigenspannungsversuche zusammen, dann kann man für die hier genutzte Halbzeugkombination eine Empfehlung zur Prozessführung formulieren. So ist es im Voraushärteprozess sinnvoll, das Gelieren bei einer niedrigen Aushärtetemperatur herbeizuführen. Um eine möglichst hohe Bruchdehnung der Matrix zu erhalten, sollte dann eine flache Aufheizrampe für den Temperprozess gewählt werden, bei der die aktuelle Glasübergangstemperatur erst zum Ende bei Erreichen der maximalen Glasübergangstemperatur überschritten wird. Ein längeres Aushärten im gummielastischen Bereich oberhalb der maximalen Glasübergangstemperatur ist dabei von Vorteil. Für den Korrekturprozess bedeutet das, dass eine Verformung früh im Temperprozess bei einem möglichst niedrigen Aushärtegrad und für möglichst kurze Zeit aufgebracht werden sollte.

7.3 Anwendungsperspektiven über die Geometriekorrektur hinaus

Neben der aktiven Korrektur der Geometrie, wie sie in [48] beschrieben und geschützt ist, ergeben sich noch weitere Anwendungsfälle für die Verformung von Faserverbundkomponenten mit Epoxidharzmatrix im Temperprozess. Hierzu zählt die Herstellung von segmentierten Versteifungselementen [126], die durch das Verformen im Temperprozess an ihre jeweilige Einbauposition angepasst werden können. So können bei Spanten sowohl der Bauteilradius als auch der Abstand der Fügeflächen zur Haut hin individuell eingestellt werden. Je nach vorgesehenem Fügeverfahren kann dies vor oder während des Fügeprozesses geschehen. So wird beim in [127] beschriebenen Improved Secondary Bonding ein teilausgehärteter Fügepartner an einen zweiten, vollständig ausgehärteten Fügepartner angepasst. Dies geschieht durch das Überschreiten der aktuellen Glasübergangstemperatur der teilausgehärteten Komponente im Aushärteprozess des Klebstoffes. Unabhängig von einem speziellen Prozess liegt das größte Potenzial vermutlich darin, die Erkenntnisse und Lösungen dieser Arbeit hinsichtlich der Prozessüberwachung mit den Arbeiten zur prozessbegleitenden Simulation zusammenzuführen, um die Faserverbundfertigung in Zukunft noch besser zu verstehen.

Abbildungsverzeichnis

| | | |
|-----------------|---|----|
| Abbildung 1.1: | Übersicht über die Gliederung der Arbeit..... | 4 |
| Abbildung 1.2: | Schnittstellen des Korrekturprozesses zu wissenschaftlichen Themengebieten..... | 5 |
| Abbildung 1.3: | Montage einer verzugsbehafteten Flügelvorderkante | 7 |
| Abbildung 2.1: | Aminhärter- und Epoxidharzmolekül mit hervorgehobenen funktionalen Gruppen | 9 |
| Abbildung 2.2: | Bindung zwischen Aminhärter und Epoxidmolekülen [17]..... | 9 |
| Abbildung 2.3: | Exemplarisches TTT - Diagramm für Duomere [21] S. 47 | 11 |
| Abbildung 2.4: | CTT-Diagramm für Duomere [21] S. 46 | 12 |
| Abbildung 2.5: | Identifizierung des Glasübergangsbereiches in der DMA Analyse [30]..... | 16 |
| Abbildung 2.6: | Verfahren zur Umformung duroplastischer Halbzeuge nach Scharr [36]..... | 19 |
| Abbildung 2.7: | Übersicht über den Jamco Advanced-Pultrusion-Prozess [37] | 20 |
| Abbildung 2.8: | Einbauposition des Demonstratorbauteils..... | 22 |
| Abbildung 2.9: | Hauptmaße und Position der Messpunkte auf dem Demonstratorbauteil | 22 |
| Abbildung 3.1: | Toleranzbehaftete Prozessschritte der Faserverbundfertigung | 25 |
| Abbildung 3.2: | Ablaufdiagramm der Geometriekorrektur im Temperprozess | 28 |
| Abbildung 3.3: | Verknüpfung von Geometrie- und Materialmodell innerhalb der Prozesssteuerung..... | 29 |
| Abbildung 3.4: | Im TTT-Diagramm markierter Bereich, der bei der Voraushärtung erreicht werden sollte | 31 |
| Abbildung 3.5: | CTT-Diagramm mit Prozessführungen für die Geometriekorrektur im Tempersschritt | 32 |
| Abbildung 3.6: | Blick auf den Versuchsaufbau zur Ermittlung der Genauigkeit des optischen Messsystems | 38 |
| Abbildung 3.7: | Messung der Wärmeausdehnung eines Probenkörpers aus Stahl zur Bestimmung der Genauigkeit des optischen Messsystems..... | 39 |
| Abbildung 3.8: | Vorrichtungsentwurf zur Korrektur einer Flügelvorderkante [67] | 40 |
| Abbildung 3.9: | Strukturformel von Tetraglycidyl Methylen Dianilin [70] | 43 |
| Abbildung 3.10: | Strukturformel von 4,4'-Methylenbis (2,6-Diethylanilin) | 43 |
| Abbildung 3.11: | Strukturformel von 4,4'-Methylenbis(2-Isopropyl-6-Methylanilin) | 43 |
| Abbildung 3.12: | Gesammelte DSC-Messwerte zum Zusammenhang von X und T_g für RTM6 1K, zusammengeführt mit den von Hein [28] ermittelten Werten. | 44 |
| Abbildung 3.13: | Verglasungszeiten von RTM6 1K bei isothermer Aushärtung, ermittelt von Exner et al. mittels MDSC [69] [71]..... | 45 |
| Abbildung 3.14: | Isotherme Aushärteversuche für den Initial-Cure-Prozess von RTM6 | 46 |
| Abbildung 3.15: | Strukturformel von Bisphenol-A-Diglycidylether | 49 |
| Abbildung 3.16: | Erweiterte Strukturformel von Bisphenol-A-Diglycidylether..... | 49 |
| Abbildung 3.17: | Strukturformel des Reaktivverdünners 1,4-Butandiol-diglycidylether | 49 |
| Abbildung 3.18: | Strukturformel von Isophorondiamin..... | 50 |
| Abbildung 3.19: | DSC-Analyse zur Reaktionsenthalpie von Huntsman LY564 / Aradur 22962 50 | |
| Abbildung 3.20: | Gesammelte DSC-Messwerte zum Zusammenhang von X und T_g für LY564 / Aradur 22962, zusammengeführt mit den von R. Hein [28] ermittelten Werten. | 52 |
| Abbildung 3.21: | Verglasung von LY564 / Aradur 22962 bei isothermer Aushärtung | 53 |

| | | |
|-----------------|--|----|
| Abbildung 4.1: | Versuchsaufbau zur DMA-Untersuchung mit paralleler dielektrischer Analyse..... | 58 |
| Abbildung 4.2: | Verlauf der mechanischen Eigenschaften teilausgehärteter Reinharzproben beim Überschreiten der aktuellen Glasübergangstemperatur im Dreipunktbiegeversuch | 60 |
| Abbildung 4.3: | Dreipunktbiegeversuch an Reinharzproben unter ansteigender Temperatur mit gleichzeitiger dielektrischer Analyse..... | 61 |
| Abbildung 4.4: | Anwendung des Kriteriums $m = 0,4$ auf die DMA-Messkurven | 62 |
| Abbildung 4.5: | Verschiebung der Einzelschichten des Laminats unter Biegung | 63 |
| Abbildung 4.6: | Kompaktierung des Faseranteils des Laminats in Dickenrichtung unter Biegung..... | 64 |
| Abbildung 4.7: | Verformung einer $45^\circ/135^\circ$ - Laminatschicht in der Ebene | 64 |
| Abbildung 4.8: | Verformungsbild einer Biegeprobe mit hohem $45^\circ/135^\circ$ -Anteil | 65 |
| Abbildung 4.9: | Streckung und Stauchung der Außenlagen einer in $0^\circ/90^\circ$ - Richtung gewebeverstärkten Biegeprobe bei der Verformung oberhalb der Glasübergangstemperatur | 65 |
| Abbildung 4.10: | Statischer Vierpunktbiegeaufbau zur Verformung von Proben im Temperprozess | 66 |
| Abbildung 4.11: | Blick auf die Druckseite im Temperprozess zu stark verformter Biegeproben | 67 |
| Abbildung 4.12: | Schliffbild eines bei der Verformung im Temperprozess geschädigten Laminates | 67 |
| Abbildung 4.13: | Detailansicht A, aufgefaltete und abgelöste Laminatschichten der Biegeprobe | 68 |
| Abbildung 4.14: | Blick auf die Zugseite im Temperprozess zu stark verformter Biegeproben... | 68 |
| Abbildung 4.15: | Detailansicht B, Anheben der Rovings bei einem hohen 0° -Anteil außen | 69 |
| Abbildung 4.16: | Skizze zur Schädigung von Biegeproben durch Anheben der Rovings bei einem hohen 0° -Anteil außen..... | 69 |
| Abbildung 4.17: | Skizze zur Schädigung von Biegeproben durch Anheben der Rovings bei einem hohen 90° -Anteil außen..... | 70 |
| Abbildung 4.18: | Lokale Delamination und Beeinträchtigung der Bauteiloberfläche bei einem hohen 90° -Anteil außen | 70 |
| Abbildung 4.19: | Optische Auffälligkeit an einem stark ausgelenkten Roving | 71 |
| Abbildung 4.20: | Geometrie der Vierpunktbiegeproben..... | 73 |
| Abbildung 4.21: | CTT-Diagramm mit der Prozessführung zur Probenfertigung und Durchführung des aktiven Vierpunktbiegeversuchs | 74 |
| Abbildung 4.22: | ISO - Ansicht der Biegevorrichtung für den aktiven Vierpunktbiegeversuch mit Kennzeichnung der Funktionselemente..... | 74 |
| Abbildung 4.23: | Beispielhafter Temperaturverlauf für einen aktiven Vierpunktbiegeversuch oberhalb der Glasübergangstemperatur | 75 |
| Abbildung 4.24: | Skizze des Vierpunktbiegeversuches mit den relevanten Parametern [82]..... | 76 |
| Abbildung 4.25: | Vorrichtung für Biegeversuche unter erhöhter Temperatur im Laborofen | 77 |
| Abbildung 4.26: | Gegenüberstellung der aufgetragenen und mittleren umgesetzten Biegeradien im Vierpunktbiegeversuch in Abhängigkeit vom Probensatz | 79 |
| Abbildung 4.27: | Gegenüberstellung der aufgetragenen und umgesetzten mittleren Randfaserdehnungen im Vierpunktbiegeversuch in Abhängigkeit vom Probensatz..... | 80 |

| | |
|--|-----|
| Abbildung 4.28: Anteil der in plastische Verformung umgesetzten elastischen Randfaserdehnung..... | 81 |
| Abbildung 4.29: Einzelschritte zur Ermittlung des Radius der Biegeproben mit der Software GOM Inspect V8 [82] | 83 |
| Abbildung 4.30: Empirische Streuung der ermittelten Radien der Biegeproben aus dem Vermessungsvorgang [82] | 84 |
| Abbildung 5.1: An den Zugproben angewandte Temperprozesse | 87 |
| Abbildung 5.2: Probengeometrie 1BA nach DIN EN ISO 527-2 zur Prüfung von Reinharzen [84]..... | 88 |
| Abbildung 5.3: Spannungs-Dehnungs-Diagramm zu den für jeden Probensatz gemittelten Ergebnissen der Zugversuche an Reinharzproben | 90 |
| Abbildung 5.4: Vergleich der im Reinharzzugversuch ermittelten Festigkeiten | 90 |
| Abbildung 5.5: Vergleich der im Reinharzzugversuch ermittelten E-Moduln | 91 |
| Abbildung 5.6: Vergleich der im Reinharzzugversuch ermittelten nominellen Bruchdehnungen | 91 |
| Abbildung 5.7: Vergleich der im Reinharzzugversuch ermittelten Querkontraktionen..... | 92 |
| Abbildung 5.8: Mikroskopaufnahme der Bruchfläche einer Reinharzprobe aus dem Satz TEN-ungetempert..... | 94 |
| Abbildung 5.9: Mikroskopaufnahme der Bruchfläche einer Reinharzprobe aus dem Satz TEN-1K-150 | 95 |
| Abbildung 5.10: Geometrie der Probenkörper für den Schub-Zugversuch nach DIN EN ISO 14129 [97] | 98 |
| Abbildung 5.11: Ergebnis der optischen Vermessung der gekrümmten Proben für den Schub-Zugversuch | 99 |
| Abbildung 5.12: Ergebnis der optischen Vermessung der umgeformten Proben für den Schub-Zugversuch | 100 |
| Abbildung 5.13: Gegenüberstellung der während des Temperprozesses erfassten Messdaten für einen Prozess mit einer Heizrate von 3 K/min und einen mit 1 K/min | 100 |
| Abbildung 5.14: Exemplarische Schubspannungsverläufe der GFK-Probensätze bis $\gamma=5\%$.. | 101 |
| Abbildung 5.15: Mittlere Schubfestigkeit der GFK-Probensätze bei $\gamma=5\%$ | 101 |
| Abbildung 5.16: Mittlere Schubspannungen der GFK-Probensätze bei $\gamma=1\%$ | 102 |
| Abbildung 5.17: Mittlerer Schubmodul der GFK-Probensätze, ermittelt zwischen 0,1 % und 0,5 % Schubverformung | 102 |
| Abbildung 5.18: Aufnahme der Stirnfläche eines für den Fiber Push-Out-Versuch vorbereiteten Probenkörpers zur Ermittlung der Probendicke..... | 105 |
| Abbildung 5.19: Strukturformel von Cr (III) Methacrylat Finish (Volan) [109] | 106 |
| Abbildung 5.20: Strukturformel von (3-Aminopropyl)triethoxysilan [112] | 107 |
| Abbildung 5.21: Mittelwerte der im Fiber Push-Out-Versuch ermittelten Scherfestigkeit σ ... | 107 |
| Abbildung 6.1: Skizze des Versuchsaufbaus zur Ermittlung der Auswirkungen der Temperaturführung im Temperprozess auf die Eigenspannungen | 115 |
| Abbildung 6.2: Temperaturführung für die Fertigung der Platten zur Bestimmung der Eigenspannungen | 115 |
| Abbildung 6.3: Schliffprobe mit dem in der Symmetrieebene eingebetteten FBG-Sensor ... | 116 |
| Abbildung 6.4: Messergebnisse des Voraushärteprozesses zur Ermittlung der Eigenspannungen im Laminat..... | 117 |
| Abbildung 6.5: Messergebnisse des Temperprozesses zur Ermittlung der Eigenspannungen im Laminat..... | 118 |

| | | |
|-----------------|--|-----|
| Abbildung 6.6: | Gemessene Dehnungen an ebenen Platten im Temperprozess über der Materialtemperatur..... | 119 |
| Abbildung 6.7: | Schnittskizze zum Versuchsaufbau zur Bestimmung der Eigenspannungen plastisch verformter Bauteile | 122 |
| Abbildung 6.8: | Messergebnisse des Voraushärteprozesses zur Ermittlung der Eigenspannungen am gekrümmten Panel | 123 |
| Abbildung 6.9: | Dehnungswerte der elastischen Verformung des gekrümmten Versuchspanels | 123 |
| Abbildung 6.10: | Messergebnisse des Temperprozesses zur Ermittlung der Eigenspannungen am gekrümmten Panel | 124 |
| Abbildung 6.11: | Gemessene Dehnung am gekrümmten Panel im Temperprozess über der Materialtemperatur..... | 125 |
| Abbildung 6.12: | Aus der Verformung des Panels resultierende Verschiebung der Kante bei einer Bogenlänge von einem Meter..... | 126 |

Tabellenverzeichnis

| | |
|--|-----|
| Tabelle 2.1: Experimentell ermittelte Gelpunkte für RTM6 1K und LY564 / Aradur 22962 [28]..... | 15 |
| Tabelle 2.2: Aushärtezustände von Reaktionsharzen | 18 |
| Tabelle 2.3: Effekte, die zu Geometrieabweichungen bei Verbundbauteilen führen [42] [43] S. 35 | 21 |
| Tabelle 2.4: Vermessungsergebnisse des Demonstratorbauteils [47] | 23 |
| Tabelle 3.1: Messergebnisse des Experiments zur Ermittlung der Genauigkeit des optischen Messsystems | 39 |
| Tabelle 3.2: Anforderungen an einen Aktor zur Geometriekorrektur im Temperprozess | 41 |
| Tabelle 3.3: Skizze des verwendeten Pneumatikkissens | 42 |
| Tabelle 3.4: Vorschläge für den Initial-Cure-Prozess für RTM6 1K | 46 |
| Tabelle 3.5: Bestimmung der gesamten Reaktionsenthalpie von Huntsman LY564 / Aradur 22962 | 51 |
| Tabelle 4.1: Im Zuge der DMA-Analyse ermittelte Glasübergangstemperaturen des teilausgehärteten Probenmaterials mit errechnetem Aushärtegrad | 57 |
| Tabelle 4.2: Grundeinstellungen der DMA-Untersuchung | 57 |
| Tabelle 4.3: Punkte, an denen die Steigung der Conductivity in den DMA-Messdaten $m = 0,4$ überschreitet | 62 |
| Tabelle 4.4: Ergebnis der DSC - Analyse der Probenplatten für den aktiven Vierpunktbiegeversuch nach dem Initial-Cure-Schritt | 73 |
| Tabelle 4.5: Schritte zur Bestimmung des minimalen Biegeradius für den Vierpunktbiegeversuch | 78 |
| Tabelle 4.6: Mittelwerte und dazugehörige Standardabweichungen der umgesetzten Verformungen aus dem Biegeversuch | 82 |
| Tabelle 4.7: Arithmetischer Mittelwert des Biegeradius und daraus berechnete empirische Streuung des Vermessungsergebnisses in Abhängigkeit vom Probenaufbau | 84 |
| Tabelle 5.1: Übersicht über die Probensätze und deren Temperzustände für den Zugversuch am Reinharz | 87 |
| Tabelle 5.2: Glasübergangstemperaturen der im Reinharzzugversuch geprüften Probensätze ermittelt durch eine DSC-Analyse | 88 |
| Tabelle 5.3: Reinharzkennwerte für LY564 / Aradur22962 laut Datenblatt [85] | 89 |
| Tabelle 5.4: Übersicht über die Probensätze und deren Temperzustände für den Schubzugversuch am GFK | 97 |
| Tabelle 5.5: Übersicht über die Probensätze und deren Temperzustände für den Fiber Push-Out-Versuch | 105 |
| Tabelle 5.6: Gegenüberstellung der Ergebnisse aus den Materialversuchen | 110 |
| Tabelle 6.1: Materialkennwerte zur Berechnung der Eigenspannungen im Glasfaserlaminat [117] | 113 |
| Tabelle 6.2: Lagenaufbau der Versuchsplatten zur Bestimmung der Eigenspannungen | 114 |
| Tabelle 6.3: Bestimmung der Glasübergangstemperatur der Probenplatten zur Eigenspannungsmessung nach dem Initial Cure Prozess | 116 |
| Tabelle 6.4: Entwicklung der aufgetragenen Dehnung in der Plateauphase des Temperprozesses | 124 |
| Tabelle 6.5: Zahlenwerte zu den Messungen der Dehnungen unter Verformung im Temperprozess | 125 |

| | |
|---|-----|
| Tabelle 6.6: Zusammenfassung der Ergebnisse aus den Dehnungsmessungen zur Bestimmung der prozessinduzierten Spannungen | 128 |
| Tabelle 7.1: Notwendige Verformungen zur Geometriekorrektur der Flügelschalen aus Kapitel 2.3 | 129 |

Literaturverzeichnis

- [1] KAPPEL, Erik ; STEFANIAK, Daniel ; HÜHNE, Christian: Process-induced Distortions in CFRP Manufacturing: A bottle-neck for high-rate Production Scenarios. In: *CFK-Valley Stade Convention*, 2014, S. 86–94
- [2] DRAKE, Aaron ; WESTPHAL, Russell V. ; ZUNIGA, Fanny A. ; KENNELLY, Robert A., Jr ; KOGA, Dennis J: *Wing Leading Edge Joint Laminar Flow Tests*. Moffett Field, CA United States, 08/1996 (NASA-TM-4762)
- [3] HOLMES, Bruce J. ; OBARA, Clifford J. ; MARTIN, Glenn L. ; DOMACK, Christopher S.: Manufacturing Tolerances for Natural Laminar Flow Airframe Surfaces. In: *General Aviation Aircraft Meeting and Exposition* : SAE International, 1985
- [4] UCAR, Hakan: *Radar Cross Section Reduction*. In: *Journal of Naval Science and Engineering* 9 (2013), S. 72–87
- [5] CHOI, Ilbeom ; KIM, Jin Gyu ; SEO, Il Sung ; LEE, Dai Gil: *Radar absorbing sandwich construction composed of CNT, PMI foam and carbon/epoxy composite*. In: *Composite Structures* 94 (2012), Nr. 9, S. 3002–3008. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0263822312001699>
- [6] SINGH, Hema ; JHA, Rakesh Mohan: *Active radar cross section reduction : Theory and applications*. Cambridge : Cambridge University Press, 2015
- [7] MEINERS, Dieter: *Beitrag zur Stabilität und Automatisierung von CFK-Produktionsprozessen*. Technischen Universität Clausthal. Dissertation. 2007. URL https://dokumente.ub.tu-clausthal.de/servlets/MCRFileNodeServlet/import_derivate_00000169/db110414.pdf
- [8] HART-SMITH, L. John: Adhesively Bonded Joints in Aircraft Structures. In: da Silva, Lucas F. M.; ÖCHSNER, Andreas; ADAMS, Robert D. (Hrsg.): *Handbook of Adhesion Technology*. Berlin, Heidelberg : Springer Berlin Heidelberg, 2011, S. 1101–1147
- [9] ABMANN, Fabian ; SCHMIDT, Jochen: *Fertigung von FVK-Komponenten für einen Laminarflügeldemonstrator und Betrachtung ihrer Geometrieabweichungen im Hinblick auf den Fügeprozess : DLR IB 131-2015-079*. Braunschweig, 11/2015
- [10] KAPPEL, Erik: *Distortions of composite aerospace frames due to processing, thermal loads and trimming operations and an assessment from an assembly perspective*. In: *Composite Structures* 220 (2019), S. 338–346. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0263822318330848>
- [11] KAISER, Wolfgang: *Kunststoffchemie für Ingenieure : Von der Synthese bis zur Anwendung*. 4. Auflage. München : Carl Hanser Verlag, 2016
- [12] CASTAN, Pierre: *Process of preparing synthetic resins*. 07/20/1943. Veröffentlichungsnr. United States Patent 2324483
- [13] FLORY, P. J.: *Principles of Polymer Chemistry*. Ithaca, New York : Cornell University Press, 1953 (Baker lectures 1948)

-
- [14] EHRENSTEIN, PROF. DR.-ING. DR. H. C. GOTTFRIED WILHELM: *Faserverbundkunststoffe : Werkstoffe, Verarbeitung, Eigenschaften*. 2. Aufl. München, Wien : Carl Hanser Verlag, 2006
- [15] HELLERICH, Walter ; HARSCH, Günther ; HAENLE, Siegfried: *Werkstoff-Führer Kunststoffe*. 9. Aufl. München, Wien : Carl Hanser Verlag, 2004
- [16] GIANNAKOPOULOS, G. ; MASANIA, Kunal ; TAYLOR, Ambrose: *Toughening of epoxy using core shell particles*. In: *Journal of Materials Science - J MATER SCI* 46 (2011), S. 327–338
- [17] MÖCKEL, J. ; FUHRMANN, U.: *Epoxidharze: Schlüsselwerkstoffe für die moderne Technik* : Verlag Moderne Industrie, 1990 (Die Bibliothek der Technik)
- [18] OBERBACH ; BAUR ; BRINKMANN ; SCHMACHTENBERG: *Saechtling Kunststoff Taschenbuch*. 29. Aufl. München, Wien : Carl Hanser Verlag
- [19] WACKER, M ; TRAWIEL, P ; EHRENSTEIN, G.W: *Härtung von Reaktionsharzen. Time-Temperature-Transition-Diagramm*. URL <https://www.ikt.tf.fau.de/files/2017/06/Haertung-von-Reaktionsharzen.pdf>. – Aktualisierungsdatum: 01/2003 – Überprüfungsdatum 2019-11-08
- [20] NETZSCH-GERÄTEBAU GMBH: *How To: Create TTT Diagram : Time-Temperature-Transition Diagram for Epoxy Curing Reaction with Diffusion Control*. URL <https://kinetics.netzsch.com/en/learn/how-to-ttt-diagram-dsc-diffusion-control/> – Überprüfungsdatum 2019-11-07
- [21] NEITZEL, Manfred (Hrsg.); MITSCHANG, Peter (Hrsg.); BREUER, Ulf (Hrsg.): *Handbuch Verbundwerkstoffe : Werkstoffe, Verarbeitung, Anwendung*. 2., aktualisierte und erweiterte Auflage
- [22] GOTRO, Jeffrey ; PRIME, R. Bruce: *Thermoset Characterization*, 2015
- [23] MILLER, Douglas R. ; MACOSKO, Christopher W.: *A New Derivation of Post Gel Properties of Network Polymers*. In: *Macromolecules* 9 (1976), Nr. 2, S. 206–211. URL <https://doi.org/10.1021/ma60050a004>
- [24] MEICHSNER, G. ; MEZGER, T. ; SCHRÖDER, J.: *Lackeigenschaften messen und steuern* : Vincentz, 2003 (Coatings-Compendien)
- [25] CHAMBON, Francois ; WINTER, H. Henning: *Linear Viscoelasticity at the Gel Point of a Crosslinking PDMS with Imbalanced Stoichiometry*. In: *Journal of Rheology* 31 (1987), Nr. 8, S. 683–697. URL <https://doi.org/10.1122/1.549955>
- [26] WINTER, H.: *Analysis of Linear Viscoelasticity of a Cross-Linking Polymer at the Gel Point*. In: *Journal of Rheology - J RHEOL* 30 (1986)
- [27] WINTER, H. H.: *Can the gel point of a cross-linking polymer be detected by the $G' - G''$ crossover?* In: *Polymer Engineering & Science* 27 (1987), Nr. 22, S. 1698–1702
- [28] ROBERT HEIN: *Vorhersage und In-Situ Bewertung fertigungsbedingter Deformationen und Eigenspannungen von Kompositen*. In: *Niedersächsisches Forschungszentrum für Luftfahrt, Forschungsbericht 2019-11* (2019). URL <https://elib.dlr.de/128886/>
- [29] HARSCH, Margit: *Methoden und Ansätze zur spannungsarmen Vernetzung von Epoxidharzen*. 1. Aufl. Kaiserslautern : Institut für Verbundwerkstoffe GmbH, 2008

-
- [30] FRAUNHOFER IFAM: *Polymere: Struktur-Eigenschafts-Beziehungen 1-3 : Schulung European Adhesive Engineer*. Bremen, 2014
 - [31] LEE, Huan: *Dielectric Cure Monitoring Part Six: Cure Index and Degree of Cure*. URL <https://polymerinnovationblog.com/dielectric-cure-monitoring-part-six-cure-index-and-degree-of-cure/>. – Aktualisierungsdatum: 05/2019 – Überprüfungsdatum 2019-11-12
 - [32] EHRENSTEIN, PROF. DR.-ING. DR. H. C. GOTTFRIED WILHELM: *Duroplaste : Aushärtung - Prüfung Eigenschaften*. München, Wien : Hanser, 1997
 - [33] LUBIN, G.: *Handbook of Composites* : Springer US, 2013
 - [34] ERIK KAPPEL ; MICHAEL ALBRECHT: *A controlled recipient evacuation process to form composite profiles from flat multi-angle prepreg stacks - infrastructure and C-profile verification*. In: *Advanced Manufacturing: Polymer and Composites Science* (2019), S. 1–15. URL <https://elib.dlr.de/129064/>
 - [35] HUFENBACH, WERNER, PROF. DR.-LNG.: *Verfahren zur Herstellung von Formteilen aus duroplastischen Kunststoffen*. Schmidt, U., lng., Deutschland. Veröffentlichungsnr. DE 10 2008 006 588 A1
 - [36] SCHARR, GERHARD, PROF. DR.: *Verfahren zur Umformung von duroplastischen Halbzeugen*. COHAUSZ DAWIDOWICZ HANNIG & SOZIEN. 26.04.2007. Veröffentlichungsnr. DE 10 2005 050 925A1
 - [37] JAMCO CORPORATION: *Jamco Advanced Pultrusion (ADP) Manufacturing Method and Process*. URL https://www.jamco.co.jp/en/business/jco/adp/adp_process.html – Überprüfungsdatum 04/2020
 - [38] COMPOSITES WORLD: *Advanced Pultrusion Takes Off In Commercial Aircraft Structures*. URL <https://www.compositesworld.com/articles/advanced-pultrusion-takes-off-in-commercial-aircraft-structures> – Überprüfungsdatum 04/2020
 - [39] KAI, Liu ; JINRUI, Ye ; BOMING, Zhang ; YANG, Wang ; LIJIE, Jia: *Experimental and finite element studies on hot sizing process for L-shaped composite beams*. In: *Composites: Part A* (2016), Nr. 87, S. 161–169. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X16300860>
 - [40] SOLVAY SA: *PDS Cycom 970 Epoxy Resin System*. URL <https://www.solvay.com/en/product/cycom-970> – Überprüfungsdatum 4/2020
 - [41] MÁRQUEZ LÓPEZ, Ignacio José ; CEREZO ARCE, David ; FERNÁNDEZ MONJE, Fernando ; ANTOLÍN RUIZ, Joaquín ; COLAS GARCIA, Noelia: *Method and conforming tool for manufacturing pieces of composite material with a high dimensional quality*. Airbus Operations S.L., Getafe. Anmeldenr. 12382241.3, Spanien. 18.12.2013. Veröffentlichungsnr. EP 2 674 285 A1
 - [42] KAPPEL, Erik ; STEFANIAK, Daniel ; HOLZHÜTER, Dirk ; HÜHNE, Christian ; SINAPIUS, Michael: *Manufacturing distortions of a CFRP box-structure – A semi-numerical prediction approach*. In: *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 51 (2013), S. 89–98. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359835X13001140>
 - [43] KLEINEBERG, Markus: *Präzisionsfertigung komplexer CFK-Profilen am Beispiel Rumpfspant*. In: *DLR Forschungsbericht, ISSN 1434-8454*. URL <https://elib.dlr.de/60976/>

-
- [44] ERIK KAPPEL: *Process Distortions in Composite Manufacturing - From an Experimental Characterization to a Prediction Approach for the Global Scale, Dissertation*. Otto-von-Guericke University. 2013. URL <https://elib.dlr.de/98990/>
- [45] KAPPEL, Erik: *A zone-based approach to predict process-induced distortions of composite structures based on a 'spring-in reference curve'*. In: *Composite Structures* 209 (2019), S. 143–149. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0263822318313606>
- [46] ROHWER, K. ; KAPPEL, E. ; STEFANIAK, D. ; WILLE, T.: *Spring-in and Warpage ~ Progress in Simulating Manufacturing Aspects*. In: *Mechanics of Composite Materials* 49 (2013), Nr. 2, S. 193–200. URL <https://doi.org/10.1007/s11029-013-9335-5>
- [47] SCHMIDT, Jochen: *SHAPE ADJUSTMENT PROCESS FOR EPOXY COMPOSITES DURING POST CURE* : LB15-0054. In: *Sampe Long Beach CA Proceedings*, 2016
- [48] SCHMIDT, Jochen ; KLEINEBERG, Markus: *Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung eines Faserverbundbauteils*. Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt e.V., 51147 Köln, DE, Deutschland. 1.12.2016. Veröffentlichungsnr. 10 2015 108 338.8
- [49] WIELAND, Birgit Ulrike: *Produktionsorientiertes Toleranzmanagement für Faserverbundbauteile*. DLR, Inst. für Faserverbundleichtbau und Adaptronik. 2018. URL <https://elib.dlr.de/122332/>
- [50] GÖTZFRIED, Alexander: *Analyse und Vergleich fertigungstechnischer Prozessketten für Flugzeugtriebwerks-Rotoren*. München : Utz, 2013 (Forschungsberichte IWB 277)
- [51] HERING, Ekbert: *Software-Engineering : Mit 22 Übungsaufgaben*. Braunschweig, Wiesbaden : Vieweg, 1984 (Reihe Informationstechnik)
- [52] DIN 66001. 1983-12. *Informationsverarbeitung; Sinnbilder und ihre Anwendung*
- [53] WENZEL, Dipl.-Phys. Mirko: *Spannungsbildung und Relaxationsverhalten bei der Aushärtung von Epoxidharzen*. Darmstadt, Technischen Universität Darmstadt. Dissertation. 2005. URL http://tuprints.ulb.tu-darmstadt.de/558/1/Diss_Wenzel.pdf – Überprüfungsdatum 2014-12-03
- [54] SPIRIDON KONSTANTOPOULOS ; EWALD FAUSTER ; RALF SCHLEDJEWSKI: *Monitoring the production of FRP composites: A review of in-line sensing methods*. In: *Express Polymer Letters* 8 (2014), S. 823–840
- [55] DIN 51007. 04.2019. *Thermische Analyse (TA) - Differenz-Thermoanalyse (DTA) und Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) - Allgemeine Grundlagen*
- [56] NICO LIEBERS: *Ultraschallsensorgeführte Infusions- und Aushärteprozesse für Faserverbundkunststoffe*. DLR, Inst. für Faserverbundleichtbau und Adaptronik. 2018. URL <https://elib.dlr.de/121155/>
- [57] SCHMIDT, J. ; OPITZ, M. ; LIEBERS, N.: *Evaluation and calibration of tool independent cure monitoring systems for epoxy resins*. In: *10th International Conference on Composite Science and Technology*, 2015, ID 21
- [58] POMMER, Christian: *Aushärtungsüberwachung von Epoxidharzen mittels Impedanzspektroskopie von Piezoaktuatoren*. Magdeburg, Otto-von-Guericke-Universität. Studienarbeit. 6/2012 – Überprüfungsdatum 2014-11-27
- [59] GOTRO, Jeffrey ; LEE, Huan: *Dielectric Cure Monitoring of Thermosets*, 2015

-
- [60] LEE, Huan: *The Handbook of Dielectric Analysis and Cure Monitoring*. URL <http://www.lambient.com/docs/DielectricAnalysisCureMonitoringHandbook.pdf>
- [61] GRELLMANN, Wolfgang ; SEIDLER, Sabine: *Kunststoffprüfung*. München, Wien : Carl Hanser Verlag, 2005
- [62] HALBEDEL, Bernd Dr.-Ing.: *Dielektrische Eigenschaften von Materialien*. Ilmenau, Technische Universität Ilmenau, Institut für Werkstofftechnik. Skript. 2014-02-27
- [63] GEL INSTRUMENTE AG: *TDS Gelnorm PDET-1*. URL https://www.gelinstrumente.ch/de/component/rsfiles/download-file/files?path=deutsch%252Fdatenblaetter%252F2017_PDET_1_db_d.pdf. – Aktualisierungsdatum: 07/2019 – Überprüfungsdatum 03/2020
- [64] KORBMACHER, Sven ; SCHMIDT, Jochen: *Entwicklung einer Softwarelösung zur Erfassung von Prozessparametern während der Aushärtung von Faserverbundbauteilen mit Epoxidharzmatrix : DLR-IB-FA-BS-2016-230*. 2016
- [65] GOM GMBH: *PONTOS Live - Optische 3D-Messtechnik zum Tracken und Tasten*. URL <https://www.gom.com/de/messsysteme/pontos-live.html> – Überprüfungsdatum 05/2020
- [66] BACKMANN, Vincent ; SCHMIDT, Jochen: *Entwicklung einer Regelungsstrategie zur Formadaption aktiver Werkzeugsysteme : DLR-IB-FA-BS-2016-239*. 2016
- [67] HAASE, Daniel ; SCHMIDT, Jochen: *Entwicklung einer aktiven Vorrichtung zur Geometriekorrektur von Faserverbundbauteilen im Temperprozess : DLR-IB-FA-BS-131-2015-062*. Braunschweig, 09/2015
- [68] HEXCEL COMPOSITES: *Sicherheitsdatenblatt RTM6*
- [69] SVEN TORSTRICK ; FELIX KRUSE ; MARTIN WIEDEMANN ; WIBKE EXNER ; MARK OPITZ ; ARNE STAHL ; YANNIS GROHMANN ; FABIAN ZACHARIAS ; CHRISTIAN BÜLOW ; CANAN ELISABETH TERCAN: *Abschlussbericht EVo*. 2014 (DLR-IB 131-2014/111)
- [70] ECHA - EUROPEAN CHEMICALS AGENCY: *Substance Information CAS: 28768-32-3*. URL <https://echa.europa.eu/de/brief-profile/-/briefprofile/100.044.717> – Überprüfungsdatum 2019-11-16
- [71] HEXCEL COMPOSITES: *Technisches Datenblatt Hexflow RTM6 1K*. URL https://www.hexcel.com/user_area/content_media/raw/RTM6_DataSheetPDF.pdf – Überprüfungsdatum 2019-11-20
- [72] HUNTSMAN ADVANCED MATERIALS: *Sicherheitsdatenblatt Araldite Ly564*
- [73] SRS-MEEDER SYNTHETIC RESIN SYSTEMS GMBH: *Curing Basics : Epoxidharze und Spezialitäten*. URL <https://srs-meeder.de/en/curing-basics/> – Überprüfungsdatum 2019-11-14
- [74] ECHA - EUROPEAN CHEMICALS AGENCY: *Substance information CAS: 25068-38-6*. URL <https://echa.europa.eu/substance-information/-/substanceinfo/100.105.541> – Überprüfungsdatum 2019-11-16
- [75] J. HODGKIN: Thermosets: Epoxies and Polyesters. In: K.H. Jürgen Buschow; Robert W. Cahn; Merton C. Flemings; Bernhard Ilchner; Edward J. Kramer; Subhash Mahajan; Patrick Veyssi re (Hrsg.): *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*. Oxford : Elsevier, 2001, S. 9215–9221

-
- [76] EVONIK CORPORATION: *Epodil 750 Reactive Diluent : Material Data Sheet*. URL <https://crosslinkers.evonik.com/product/crosslinkers/en/products/epodil/pages/product-details.aspx?productId=72743&searchText=epodil>. – Aktualisierungsdatum: 09/2017
- [77] HUNTSMAN ADVANCED MATERIALS: *Sicherheitsdatenblatt Aradur 22962*
- [78] ECHA - EUROPEAN CHEMICALS AGENCY: *Substance Information CAS: 2855-13-2 : Isophorondiamin*. URL <https://echa.europa.eu/de/brief-profile/-/briefprofile/100.018.788> – Überprüfungsdatum 2019-11-17
- [79] NAKKA, John S. ; JANSEN, K. M. B. ; ERNST, L. J.: *Effect of chain flexibility in the network structure on the viscoelasticity of epoxy thermosets*. In: *Journal of Polymer Research* 18 (2011), Nr. 6, S. 1879–1888. URL <https://doi.org/10.1007/s10965-011-9595-5>
- [80] WIDMANN, Georg ; SCHAWÉ, Jürgen ; RIESEN, Rudolf: *Interpretation von DMA-Kurven, Teil 1 : Mettler Toledo GmbH*. 01/2002
- [81] Norm DIN EN ISO 14125. 05.2011. *Faserverstärkte Kunststoffe - Bestimmung der Biegeeigenschaften*
- [82] BAUCKE, Jan ; SCHMIDT, Jochen: *Entwurf und Umsetzung einer Versuchsreihe zur Geometriekorrektur von Faserverbundproben im Temperprozess : DLR-IB-FA-BS-2018-76*. 08/2018
- [83] DIN EN ISO 527-1. 04.1996. *Kunststoffe - Bestimmung der Zugeigenschaften - Teil 1: Allgemeine Grundsätze*
- [84] DIN EN ISO 527-2. 07.1996. *Kunststoffe - Bestimmung der Zugeigenschaften - Teil 2: Prüfbedingungen für Form- und Extrusionsmassen*
- [85] HUNTSMAN ADVANCED MATERIALS GMBH: *Technisches Datenblatt Araldite LY 564 / Aradur 22962*. URL <https://www.viba.nl/media/files/tds/tds0001378.pdf> – Überprüfungsdatum 2019-11-05
- [86] WOLFAHRT, Markus ; PILZ, Gerald ; LANG, Reinhold: 15. Symposium Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde. 2005 : Einfluss des Aushärtegrades auf wesentliche Werkstoffeigenschaften eines Epoxidharz - Matrixwerkstoffes. In: , S. 199–204
- [87] ADAMOW, Katharina Maria: *Einfluss von Wasser auf die Kohlenstofffaser/Epoxid-Polymermatrix Wechselwirkung*. Bremen, Universität Bremen, Fachbereich 2 Biologie/Chemie. Dissertation. 01/2014. URL <https://elib.suub.uni-bremen.de/edocs/00103654-1.pdf> – Überprüfungsdatum 03/2020
- [88] Technische Regel VDI 3822 Blatt 2.1.4.: 2012-01. *Schadensanalyse - Schäden an thermoplastischen Kunststoffprodukten durch mechanische Beanspruchung*
- [89] EHRENSTEIN, G. W.: *SEM of Plastics Failure* : Hanser, 2011
- [90] CHEKANOV, Yu. A. ; KOROTKOV, V. N. ; ROZENBERG, B. A. ; DHZAVADYAN, E. A. ; BOGDANOVA, L. M.: *Cure shrinkage defects in epoxy resins*. In: *Polymer* 36 (1995), Nr. 10, S. 2013–2017. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/003238619591446E>
- [91] D'ALMEIDA, JOSÉ ROBERTO MORAES ; MENEZES, GUSTAVO WAGNER DE ; MONTEIRO, Sérgio Neves: *Ageing of the DGEBA/TETA epoxy system with off-stoichiometric compositions*. In: *Materials Research* 6 (2003), S. 415–420

-
- [92] SIERING, Jan: *Einfluss der Härtungstemperatur auf die mechanischen Eigenschaften von RTM6*. Braunschweig, TUBS. 6 / 2012
- [93] LOKMAN GEMI ; ÅAKIR YAZMAN ; MUHAMMET ULUDAÄ ; DERYA DIŞPINAR ; MURAT TIRYAKIOÄLU: The effect of 0.5 wt% additions of carbon nanotubes & ceramic nanoparticles on tensile properties of epoxy-matrix composites: a comparative study, Volume 1, Issue 2. In: *Materials Science and Nanotechnology*, 2017
- [94] GONZÁLEZ, Maria González ; CABANELAS, Juan Carlos ; BASELGA, Juan: Applications of FTIR on Epoxy Resins - Identification, Monitoring the Curing Process, Phase Separation and Water Uptake. In: *Infrared Spectroscopy - Materials Science, Engineering and Technology* : InTech, 2012
- [95] JAY, R. R.: *Direct Titration of Epoxy Compounds and Aziridines*. In: *Anal. Chem.* 36 (1964), Nr. 3, S. 667–668. URL <https://doi.org/10.1021/ac60209a037>
- [96] STREHMEL, Veronika: *Bildung und Struktur vernetzter temperaturstabiler polymerer Materialien*. Halle-Wittenberg, Martin-Luther-Universität. Habilitation. 2000-03-14. URL <https://sundoc.bibliothek.uni-halle.de/habil-online/00/00H072/habil.pdf> – Überprüfungsdatum 02/2020
- [97] DIN EN ISO 14129. 02/1998. *Faserverstärkte Kunststoffe - Zugversuch an 45°-Laminaten zur Bestimmung der Schubspannungs/Schubverformungs-Kurve des Schubmoduls in der Lagenebene*
- [98] ASTM D 5379/D 5379M. 2019. *Standard Test Method for Shear Properties of Composite Materials by the V-Notched Beam Method*
- [99] INTERGLAS / PORCHER INDUSTRIES GERMANY GMBH: *TDS Interglas Gewebe 92626 : US Style 7781*. URL http://www.ezentrumbilder.de/rg/pdf/td_de_style%2092626.pdf. – Aktualisierungsdatum: 11/2019 – Überprüfungsdatum 03/2020
- [100] 3M DEUTSCHLAND GMBH: *TDS Scotch-Weld 9323 B/A, Zweikomponenten-Konstruktionsklebstoff*. URL <http://multimedia.3m.com/mws/mediawebserver?66666UuZjcFSLXTtlxfEo8&VEVuQEcuZgVs6EVs6E666666-->. – Aktualisierungsdatum: 06/2002 – Überprüfungsdatum 03/2020
- [101] KALINKA, Gerhard ; LEISTNER, André ; HAMPE, Andreas: *Characterisation of the fibre/matrix interface in reinforced polymers by the push-in technique*. In: *Composites Science and Technology* 57 (1997), Nr. 8, S. 845–851. URL <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0266353896001595>
- [102] DRZAL, Lawrence T. ; RICH, Michael J. ; KOENIG, Michael F. ; LLOYD, Pamela F.: *Adhesion of Graphite Fibers to Epoxy Matrices: II. The Effect of Fiber Finish*. In: *The Journal of Adhesion* 16 (1983), Nr. 2, S. 133–152
- [103] BUNDESANSTALT FÜR MATERIALFORSCHUNG UND -PRÜFUNG (BAM): *Untersuchung der Faser-Matrix-Scherfestigkeit an entnommenen Probenabschnitten aus Glasfaser-Verbundwerkstoff-Laminatplatten mit der Single Fibre Push-Out-Methode*. Berlin, 11.04.2017 (5.3/10697/16)
- [104] HUANG, Xiaogang ; FOLEY, Maureen E. ; BOGETTI, Travis A. ; GILLESPIE, John W.: *Mechanics of the Fiber-Matrix Interphase Push-Out Test*. 09/2005
- [105] BOBZIN, K.: *Oberflächentechnik für den Maschinenbau* : Wiley-VCH, 2013

-
- [106] SCHÜRMANN, Helmut: *Konstruieren mit Faser-Kunststoff-Verbunden*. 1. Aufl. Berlin Heidelberg New York : Springer, 2005
- [107] SUTER KUNSTSTOFFE AG: *Gewebe-Info : Vergleich von FK144 und Schlichte unter Feuchtigkeitsaufnahme*. URL <https://www.swiss-composite.ch/pdf/i-Gewebeinfo.pdf> – Überprüfungsdatum 03/2020
- [108] REICHHOLD, Jochen ; BLEDZKI, Andrzej K.: *Glasfaserverstärkte Epoxidharze - FaserlMatrix-Adhäsion Eigenschaftsprofil unter dem Einfluss verschiedener Umgebungsbedingungen*. In: *Sampe Symposium Clausthal* (2003)
- [109] ZACLON LLC: *Volan Bonding Agent TDS : Coupling Agent and Adhesion Promoter for Composites*
- [110] NANJING SiSiB SILICONES CO., LTD.: *ORGANOSILANES, Overview on Silanes, Cross-Reference Guide, Silane Coupling Agent Selection Guide*. URL http://www.powerchemical.net/library/public/2016/SiSiB_SILANES_1608_A4.pdf – Überprüfungsdatum 03/2020
- [111] AGARWAL, B. D. ; BROUTMAN, L. J. ; CHANDRASHEKHARA, K.: *Analysis and Performance of Fiber Composites* : Wiley, 2017
- [112] ECHA - EUROPEAN CHEMICALS AGENCY: *Substance Information CAS: 919-30-2*. URL <https://echa.europa.eu/substance-information/-/substanceinfo/100.011.863> – Überprüfungsdatum 03/2020
- [113] SEYMOUR, R. B. ; DEANIN, R. D. ; MEETING, A.C.S.: *History of Polymeric Composites* : Taylor & Francis, 1987
- [114] *DIN EN ISO 527-4: Plastics - Determination of tensile properties - Part 4: Test conditions for isotropic and anisotropic fibre-reinforced plastic composites*
- [115] WETJEN, Denise: *Wechselwirkung von Carbonfasern, Schlichte und epoxidbasierter polymerer Matrix in carbonfaserverstärkten Kunststoffen*. Universität Augsburg, Mathematisch-Naturwissenschaftlich-Technische Fakultät. URL <https://core.ac.uk/download/pdf/79457152.pdf>
- [116] PRUSSAK, Robert ; STEFANIAK, Daniel ; KAPPEL, Erik ; HÜHNE, Christian ; SINAPIUS, Michael: *Smart cure cycles for fiber metal laminates using embedded fiber Bragg grating sensors*. In: *Composite Structures* 213 (2019)
- [117] HEIN, Robert ; PRUSSAK, Robert ; SCHMIDT, Jochen: *Analysis of thermo-mechanical-chemical properties of GFRP during curing by means of process monitoring and process simulation* : *DLR-IB-FA-BS-2019-2*. Braunschweig, 01/2019
- [118] HEIN, Robert ; PRUSSAK, Robert ; SCHMIDT, Jochen: *Phenomenological Analysis of Thermo-Mechanical-Chemical Properties of GFRP during Curing by Means of Sensor Supported Process Simulation*. In: *Processes* 8 (2020), Nr. 2. URL <https://www.mdpi.com/2227-9717/8/2/192>
- [119] 3B-FIBREGLASS SPRL: *TDS SE 1500 Roving*. URL https://www.3b-fibreglass.com/sites/default/files/products-data-sheets/SE%201500-TDS-180612_np.pdf – Überprüfungsdatum 03/2020
- [120] BALVERS, Johannes Mattheus: *In situ strain and cure monitoring in liquid composite moulding by fibre Bragg grating sensors*. 's-Hertogenbosch : BOXPress, 2014 (Series on the development and application of polymer composites)

-
- [121] GEERNAERT, Thomas ; BERGHMANS, Francis ; THIENPONT, Hugo: *Butterfly microstructured fiber complements FBG-based sensing*. In: *Laser Focus World* 51 (2015), Nr. 7, S. 43–47
- [122] ASTM E837 – 13a. October 2013. *Standard Test Method for Determining Residual Stresses by the Hole-Drilling Strain-Gage Method*
- [123] SCHAJER, G. S. ; YANG, L.: *Residual-stress measurement in orthotropic materials using the hole-drilling method*. In: *Experimental Mechanics* 34 (1994), Nr. 4, S. 324–333. URL <http://dx.doi.org/10.1007/BF02325147>
- [124] LAKE, B. R. ; APPL, F. J. ; BERT, C. W.: *An investigation of the hole-drilling technique for measuring planar residual stress in rectangularly orthotropic materials*. In: *Experimental Mechanics* 10 (1970), Nr. 6, S. 233–239. URL <http://dx.doi.org/10.1007/BF02324095>
- [125] HOLZMANN, G. ; FAISS, H. ; DREYER, H. J.: *Technische Mechanik 3: Festigkeitslehre* : Vieweg+Teubner Verlag, 2013
- [126] KLEINEBERG, Markus ; SCHMIDT, Jochen ; HÜHNE, Christian: *Bauteilstruktur und Verfahren zur Herstellung derselben*. 06/2018. Veröffentlichungsnr. 10 2016 124 966.1
- [127] SCHMIDT, Jochen ; KLEINEBERG, Markus: *Verfahren zum Fügen zweier Faserverbund-Fügepartner*. Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt e.V., 51147 Köln, DE, Deutschland. 28.12.2017. Veröffentlichungsnr. 10 2016 111 635.1

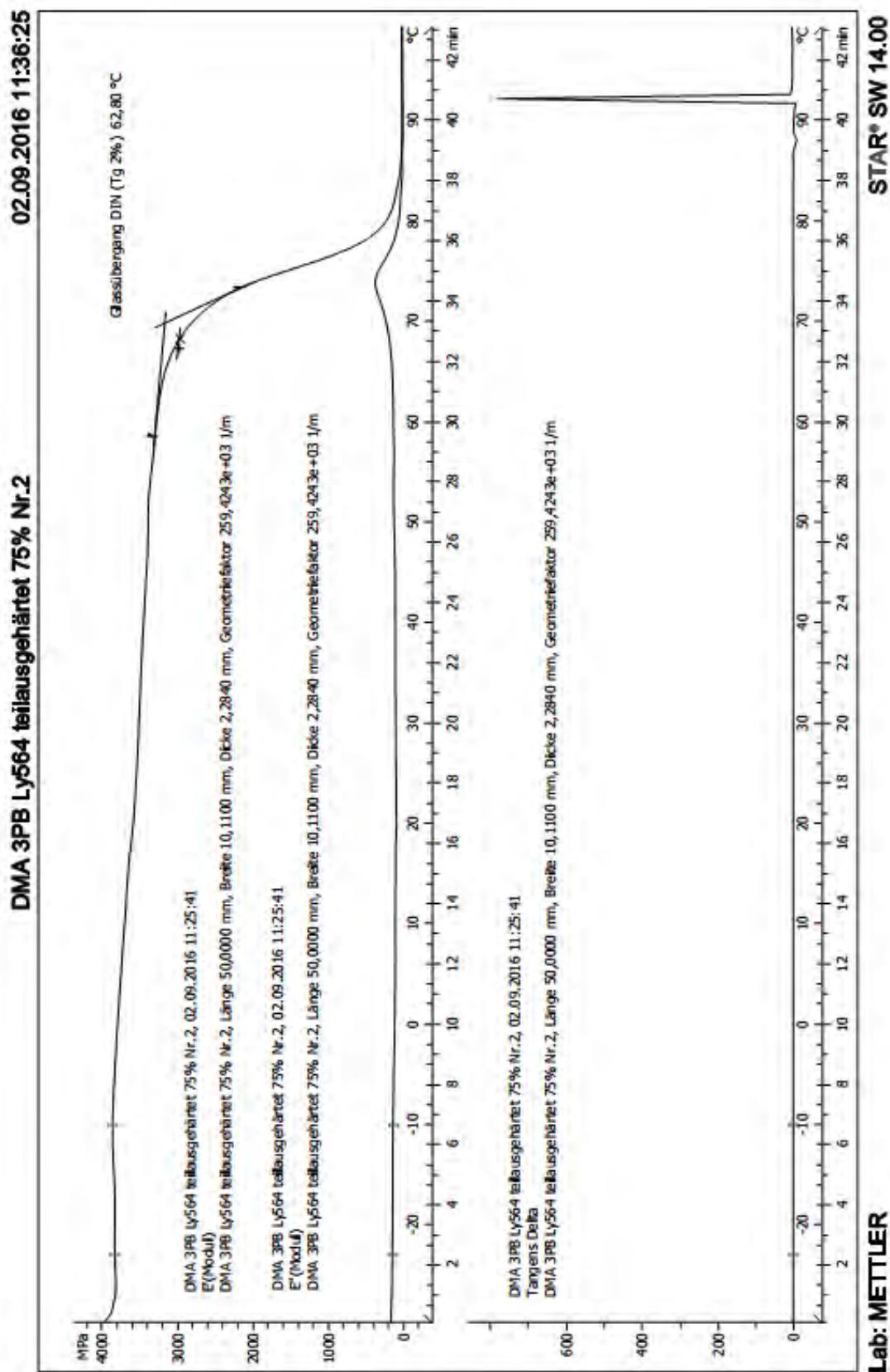
Anhang A

Versuchsaufbau zur Bestimmung der Genauigkeit des optischen Messsystems unter Temperatureinfluss



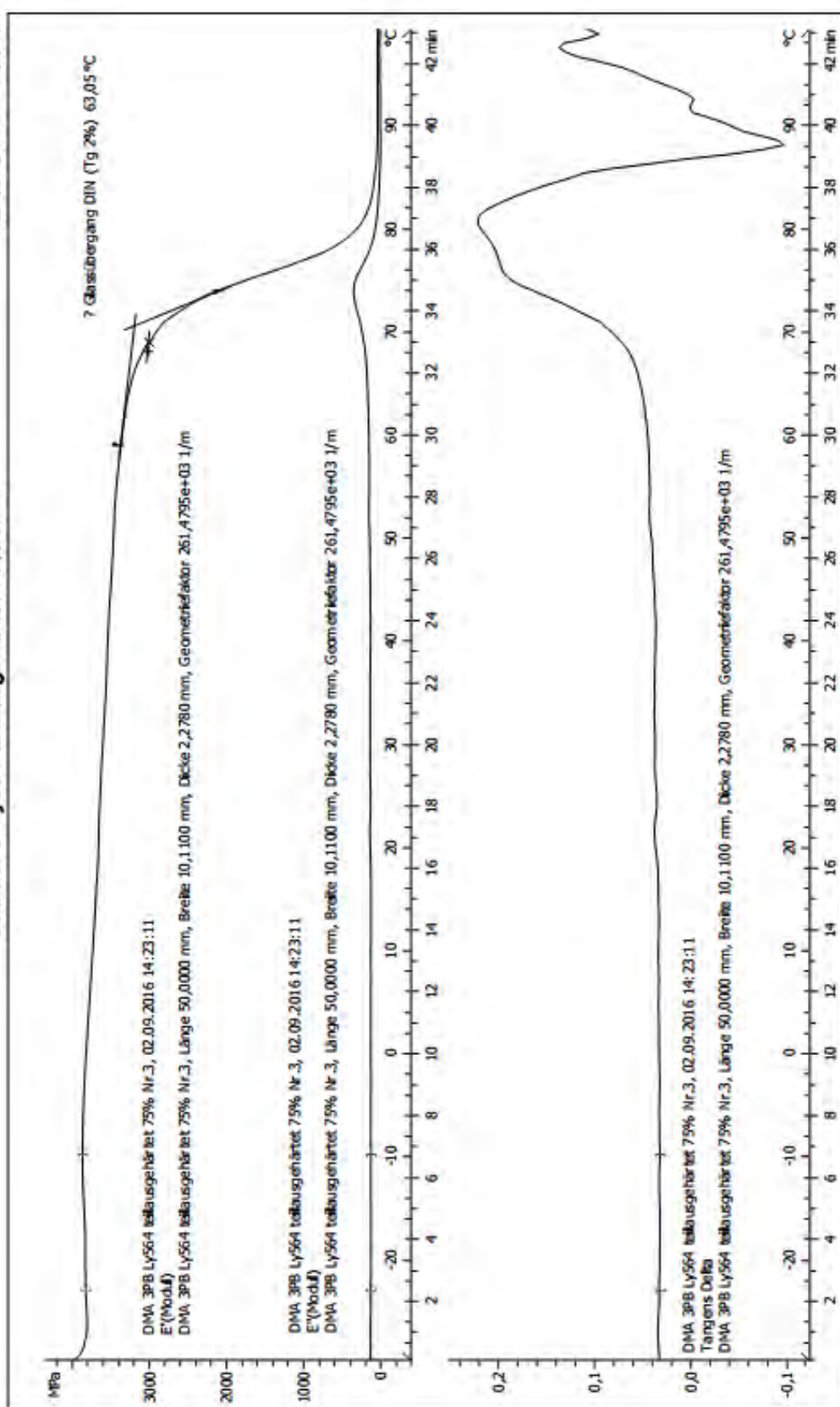
GOM-Pontos Kamerasystem vor einem mit einer Glastür ausgestatteten Laborofen

Anhang B



DMA 3PB Ly564 teilausgehärtet 75% Nr.3

02.09.2016 14:39:40

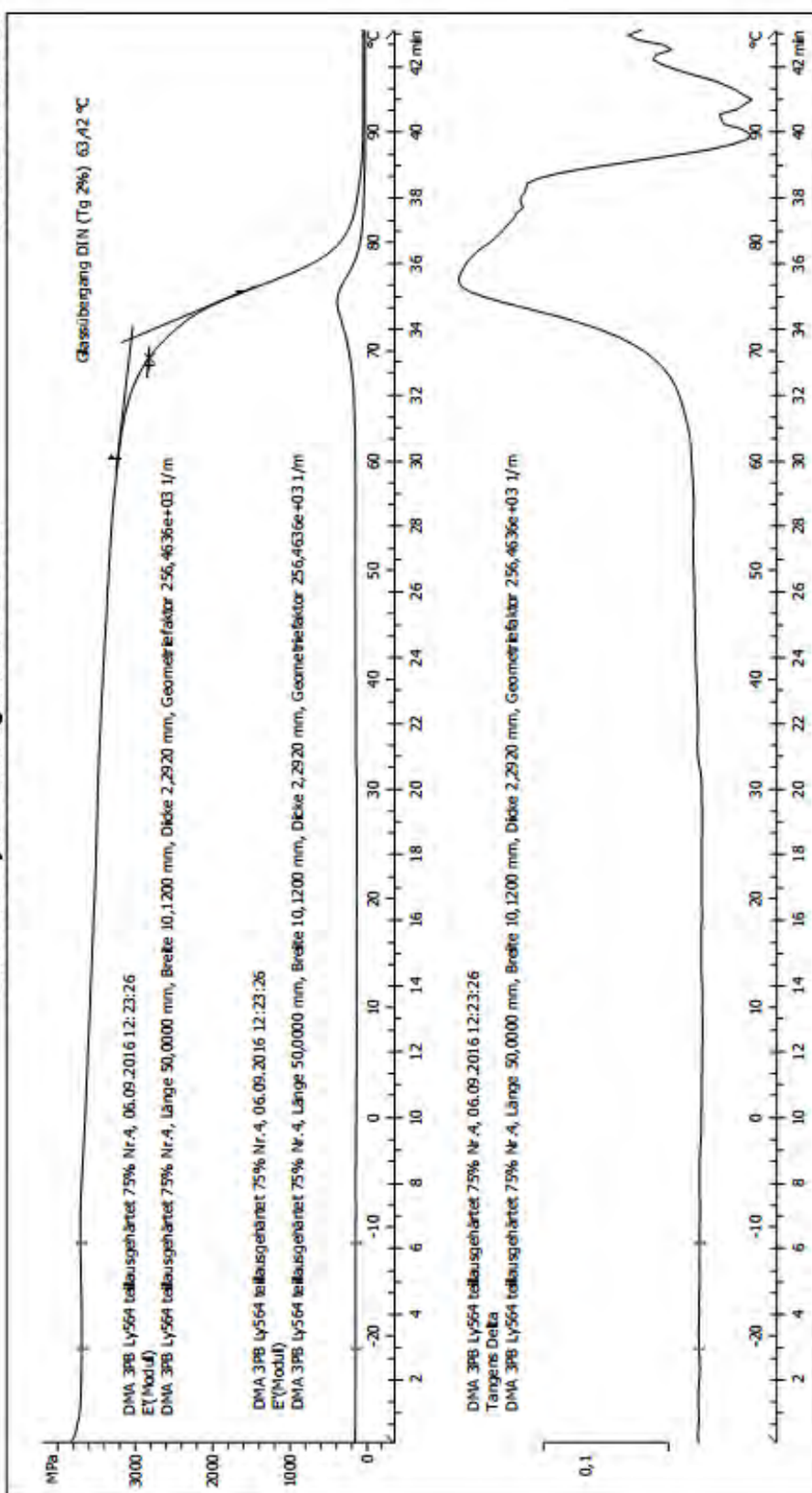


Lab: METTLER

STAR® SW 14.00

DMA 3PB Ly564 teilausgehärtet 75% Nr.4

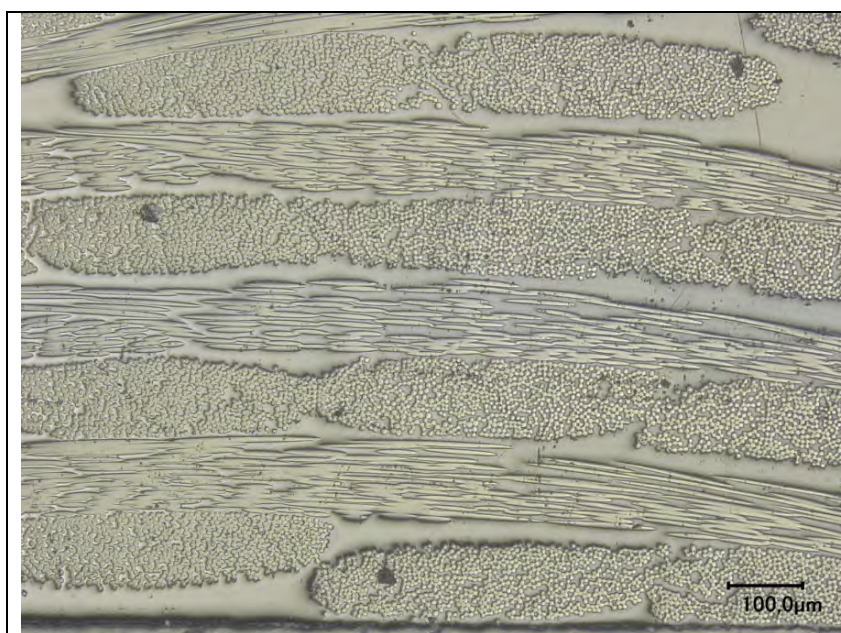
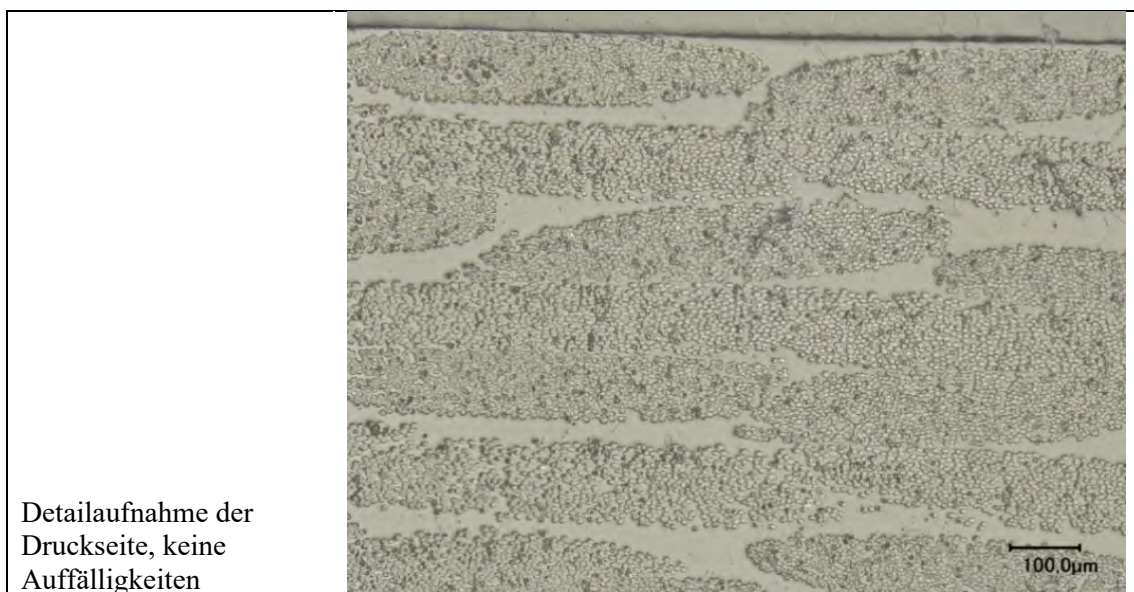
07.09.2016 13:13:36



STAR® SW 14.00

Anhang C

Schliffbilder von im Temperprozess plastisch verformten 45°/135°-Proben



Um 45° geänderter
Schliffwinkel

Auch das Faser-
Matrix Interface
zeigt keine
Auffälligkeiten.

Anhang D



Versuchsaufbau des Zugversuches an Reinharzproben mit Messinterface und eingelegter, mit Dehnungsmessstreifen bestückter Materialprobe

| | Pu N | stu MPa | E MPa | Max Traversenweg mm | ε_{max} % | μb % |
|--------------------------|----------------|-------------------|-----------------|---|-----------------------------|----------------|
| TEN-unget-mittel | 862,29 | 77,83 | 3886,36 | 1,80 | 3,10 | 0,33 |
| s | 29,13 | 2,71 | 32,40 | 0,26 | 0,46 | 0,02 |
| TEN-1K-130-mittel | 888,51 | 76,17 | 3237,56 | 3,43 | 5,92 | 0,34 |
| s | 18,10 | 1,43 | 121,85 | 0,66 | 1,14 | 0,01 |
| TEN-1K-150-mittel | 849,37 | 75,40 | 3189,41 | 4,19 | 7,22 | 0,33 |
| s | 2,14 | 0,28 | 178,03 | 0,53 | 0,91 | 0,02 |
| TEN-3K-150-mittel | 790,41 | 69,64 | 3206,72 | 2,64 | 4,55 | 0,34 |
| s | 41,40 | 3,73 | 196,29 | 0,61 | 1,06 | 0,01 |

Tabelle der gemittelten Ergebnisse des Zugversuches an Reinharzproben



Institut für Faserverbundleichtbau und Adaptronik

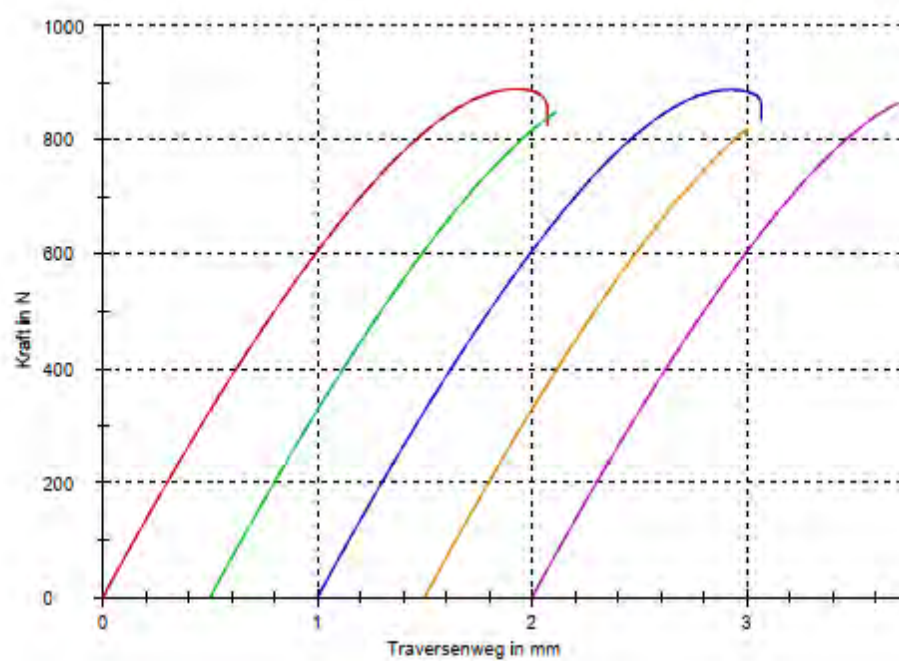
Prüfverfahren: Zugversuch

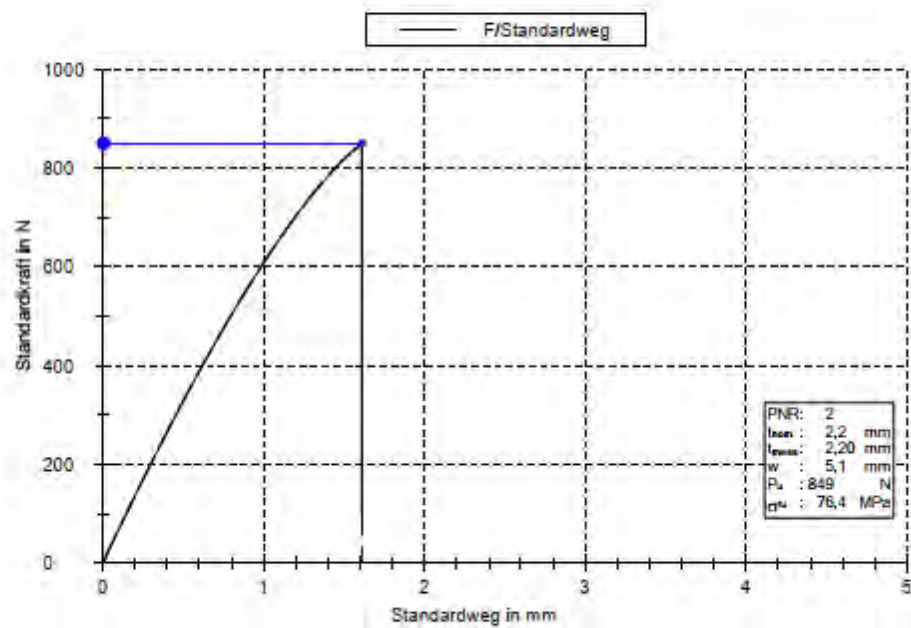
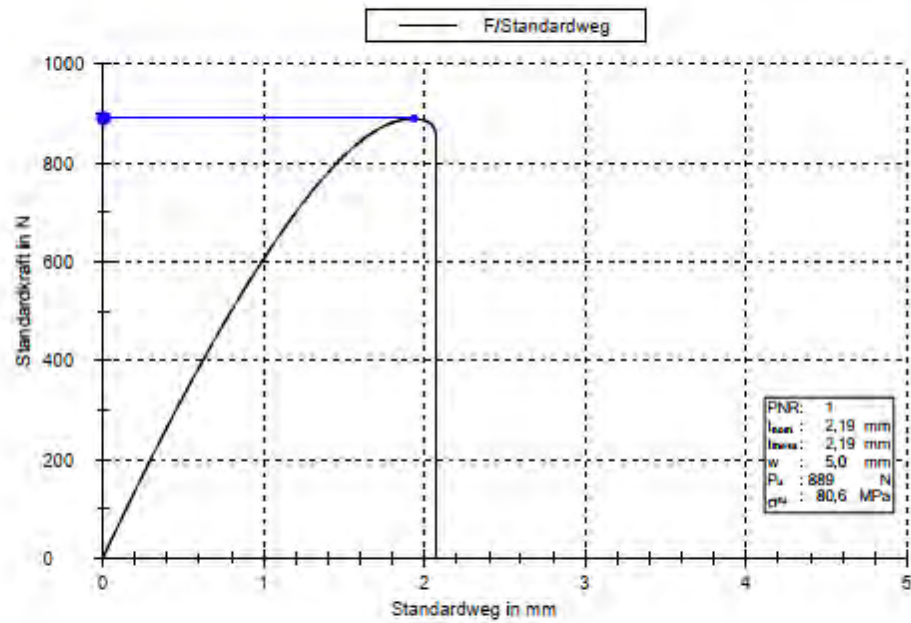
| | | | |
|-------------------|----------------|---------------------|-------------------------|
| Auftragsauswahl | : leer | Prüfnorm | : DIN EN ISO 527-2 |
| Projektname | : | Serienbezeichnung | : TEN-unget |
| Auftraggeber | : | Prüfmaschine | : Zwick 1478 |
| Kostenträger | : | Kraftaufnehmer | : 5kN |
| Probenlaufplan-Nr | : 2015-008 | Letzte Kalibrierung | : 27.09.2016 |
| Prüfer | : C. Westphal | Wegaufnehmer | : Traverse / cross head |
| Prüfdatum | : 05.12.2016 | Probenhalter | : Eigenbau |
| Konditionierung | : 23°C 53% rel | Prüfgeschwindigkeit | : 1 mm/min |
| Prüfklima | : 23°C 53% rel | Freie Länge | : 58,0 mm |

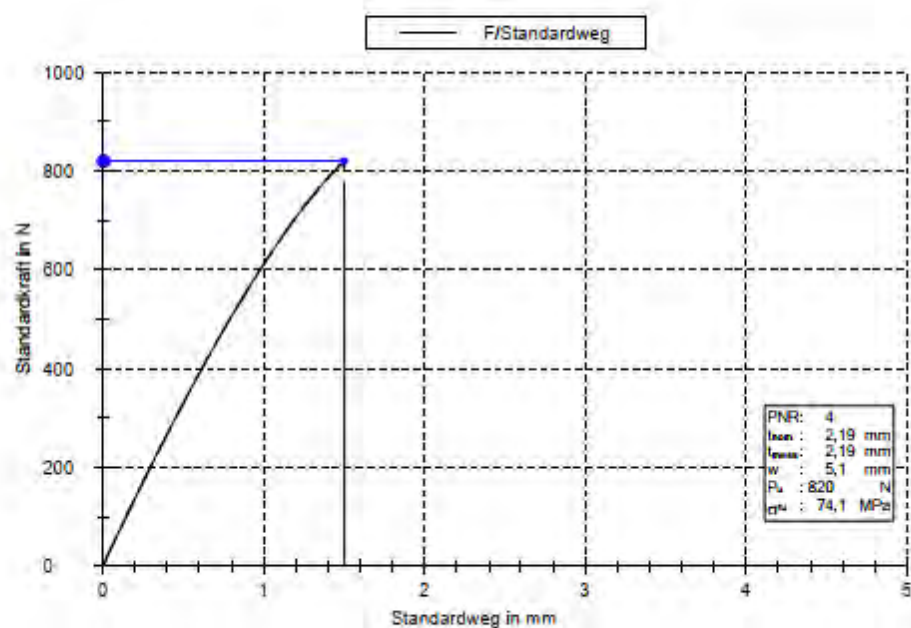
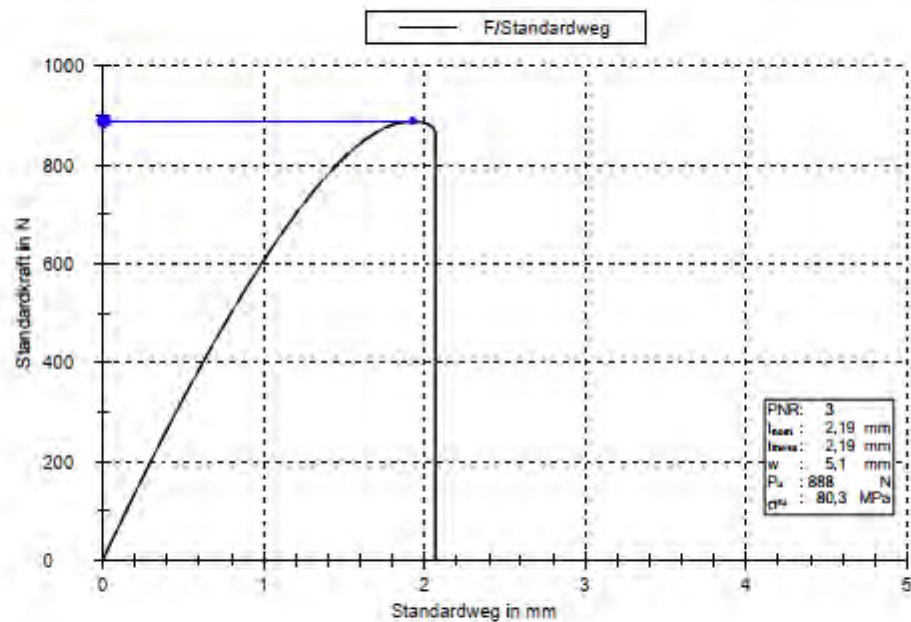
Ergebnisse

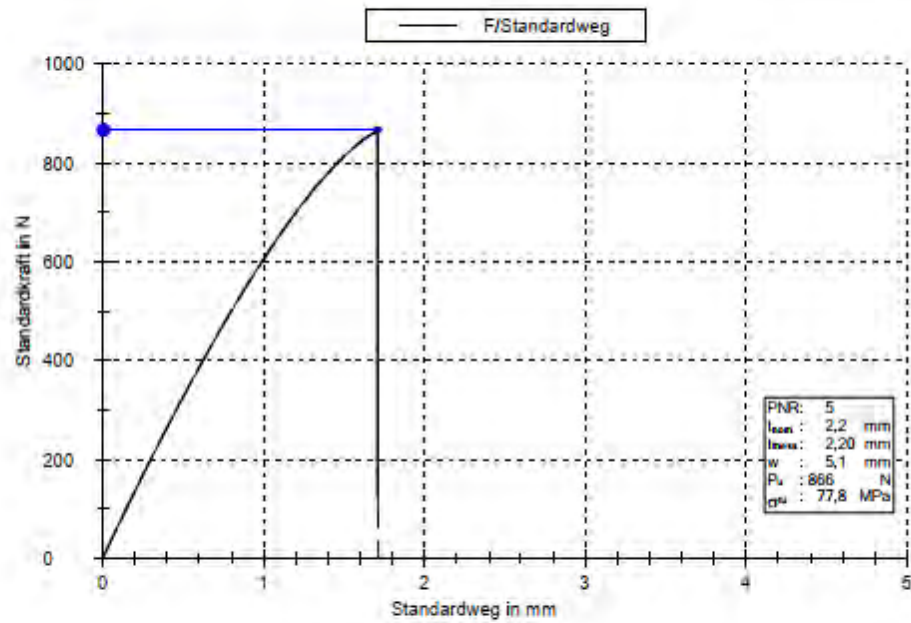
| Legende | PNR | t _{nom} mm | t _{mess} mm | w mm | P _u N | σ _{tu} MPa |
|---------|-----|------------------------|-------------------------|---------|---------------------|------------------------|
| | 1 | 2,19 | 2,19 | 5,0 | 889 | 80,6 |
| | 2 | 2,2 | 2,20 | 5,1 | 849 | 76,4 |
| | 3 | 2,19 | 2,19 | 5,1 | 888 | 80,3 |
| | 4 | 2,19 | 2,19 | 5,1 | 820 | 74,1 |
| | 5 | 2,2 | 2,20 | 5,1 | 866 | 77,8 |

Bemerkung: -











Institut für Faserverbundleichtbau und Adaptronik

Prüfverfahren: Zugversuch

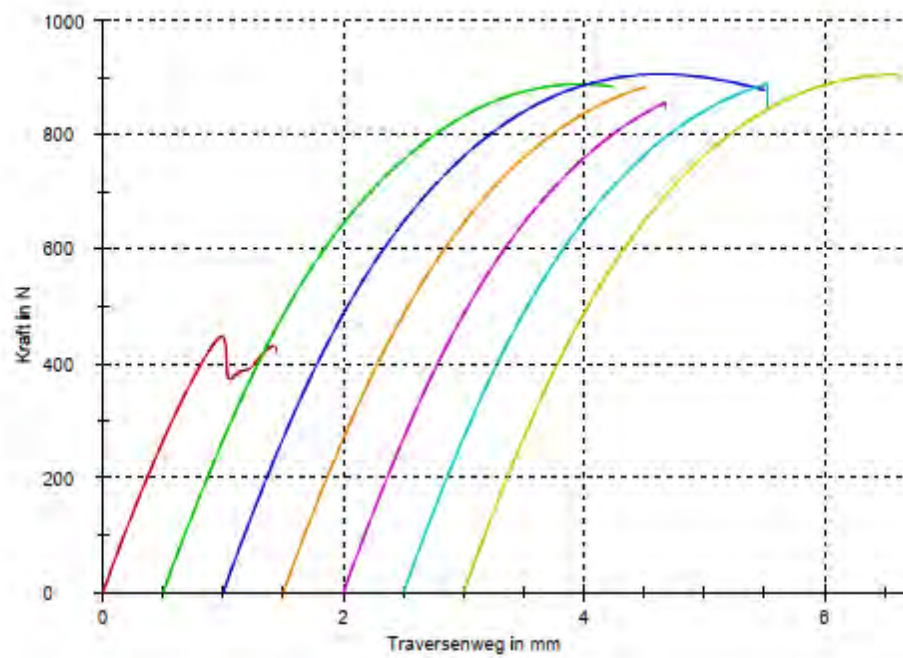
| | | | |
|-------------------|--------------|---------------------|-------------------------|
| Auftragsauswahl | : leer | Prüfnorm | : DIN EN ISO 527-2 |
| Projektname | : | Serienbezeichnung | : TEN-1K-130 |
| Auftraggeber | : | Prüfmaschine | : Zwick 1478 |
| Kostenträger | : | Kraftaufnehmer | : 5kN |
| Probenlaufplan-Nr | : 2015-008 | Letzte Kalibrierung | : 27.09.2016 |
| Prüfer | : J. Schmidt | Wegaufnehmer | : Traverse / cross head |
| Prüfdatum | : 05.12.2016 | Probenhalter | : Eigenbau |

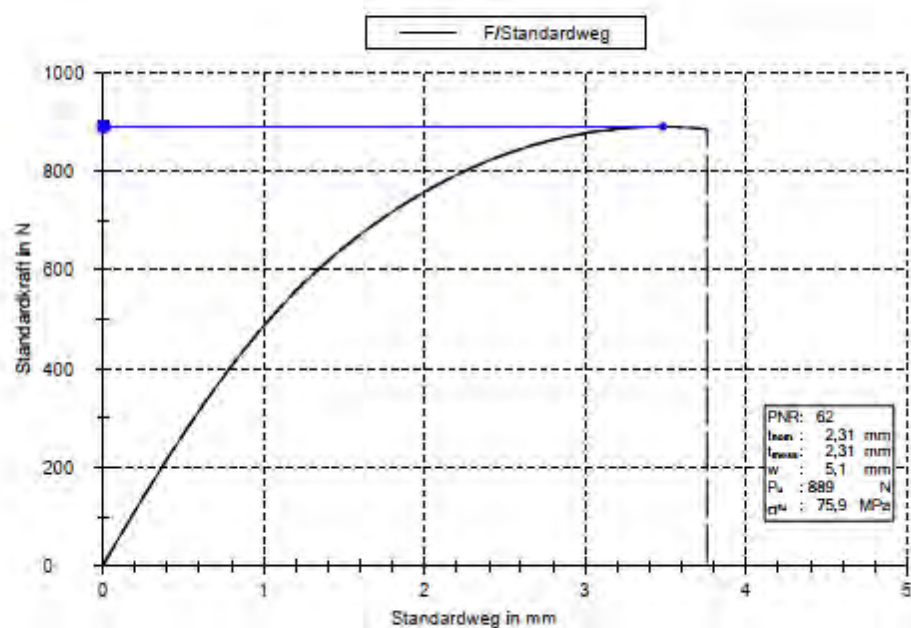
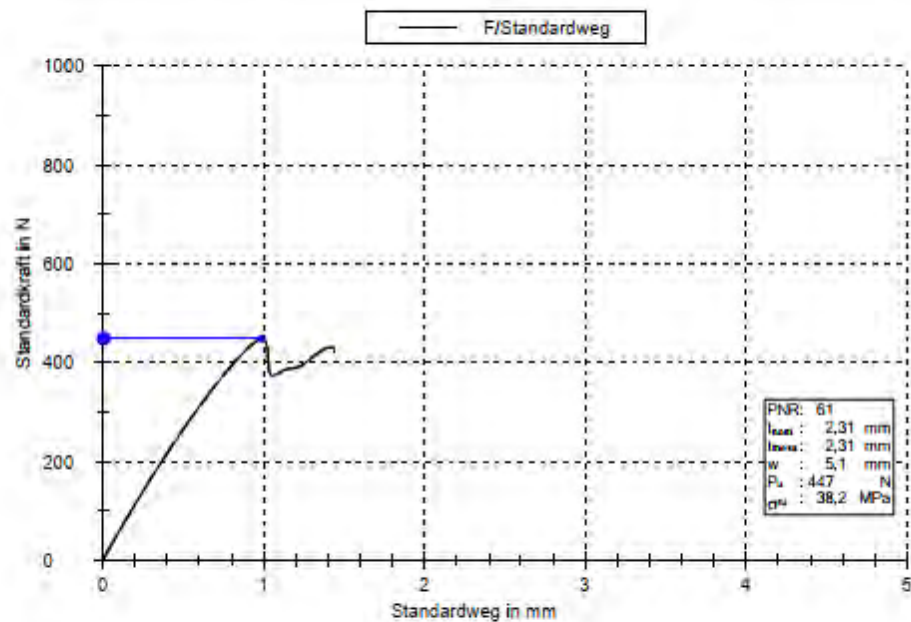
| | | | |
|-----------------|----------------|---------------------|------------|
| Konditionierung | : 23°C 53% rel | Prüfgeschwindigkeit | : 1 mm/min |
| Prüfklima | : 23°C 53% rel | Freie Länge | : 58,0 mm |

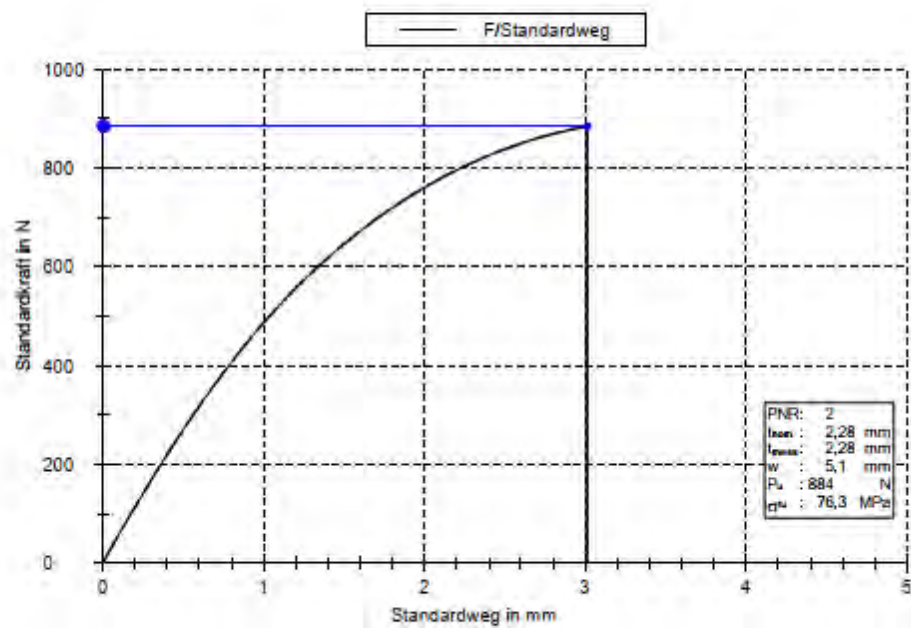
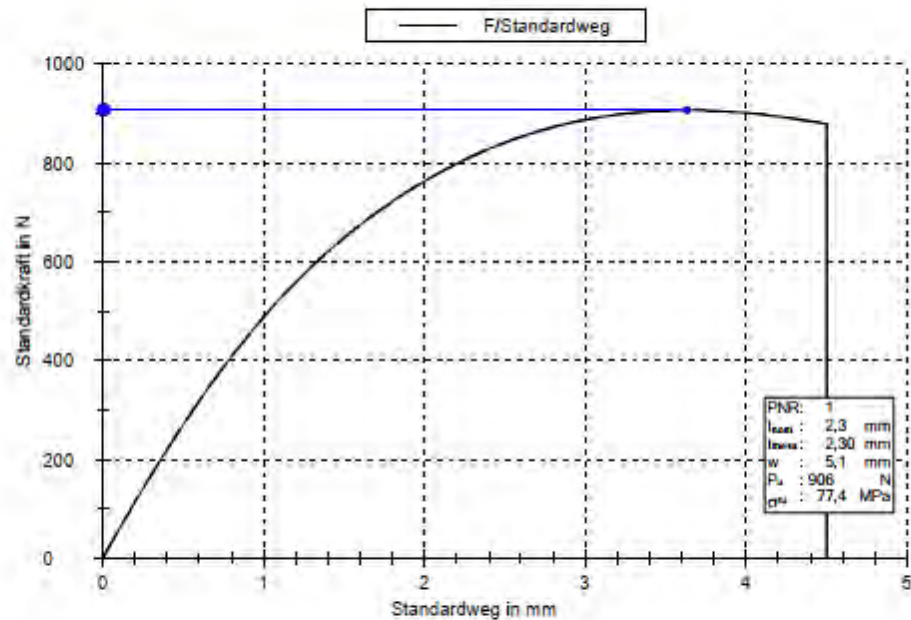
Ergebnisse

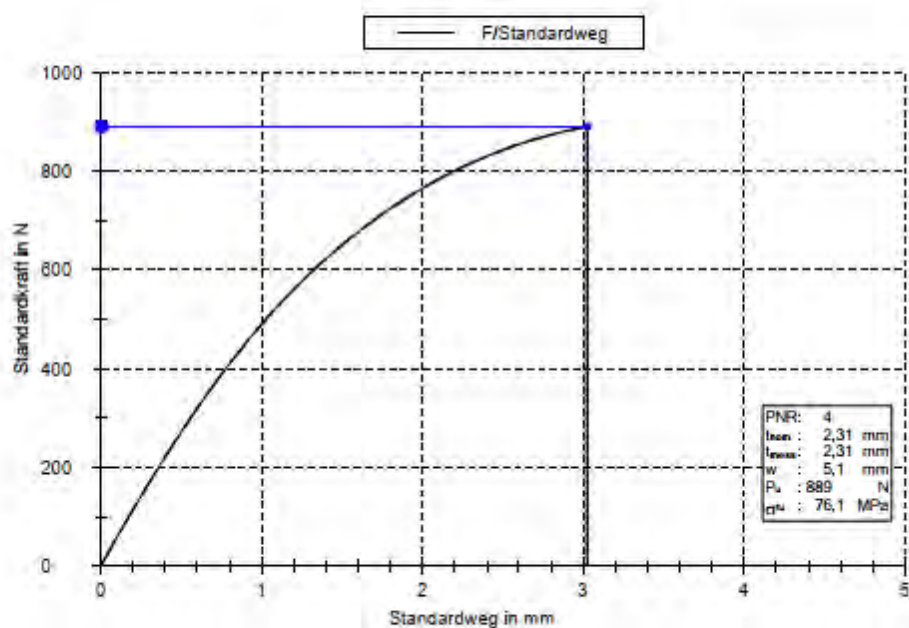
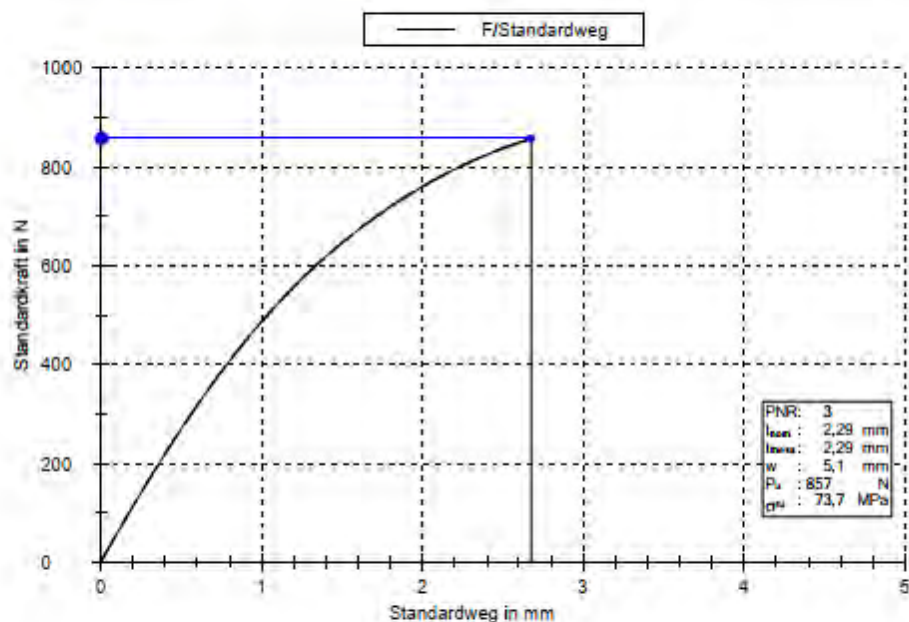
| Legende | PNR | t _{nom} mm | t _{mess} mm | w mm | P _u N | σ _{tu} MPa | |
|---------|-----|------------------------|-------------------------|---------|---------------------|------------------------|--------------------------------------|
| | 61 | 2,31 | 2,31 | 5,1 | 447 | 38,2 | Erster Test, fehlerhafte Einspannung |
| | 62 | 2,31 | 2,31 | 5,1 | 889 | 75,9 | |
| | 1 | 2,3 | 2,30 | 5,1 | 906 | 77,4 | |
| | 2 | 2,28 | 2,28 | 5,1 | 884 | 76,3 | |
| | 3 | 2,29 | 2,29 | 5,1 | 857 | 73,7 | |
| | 4 | 2,31 | 2,31 | 5,1 | 889 | 76,1 | |
| | 5 | 2,3 | 2,30 | 5,1 | 906 | 77,7 | |

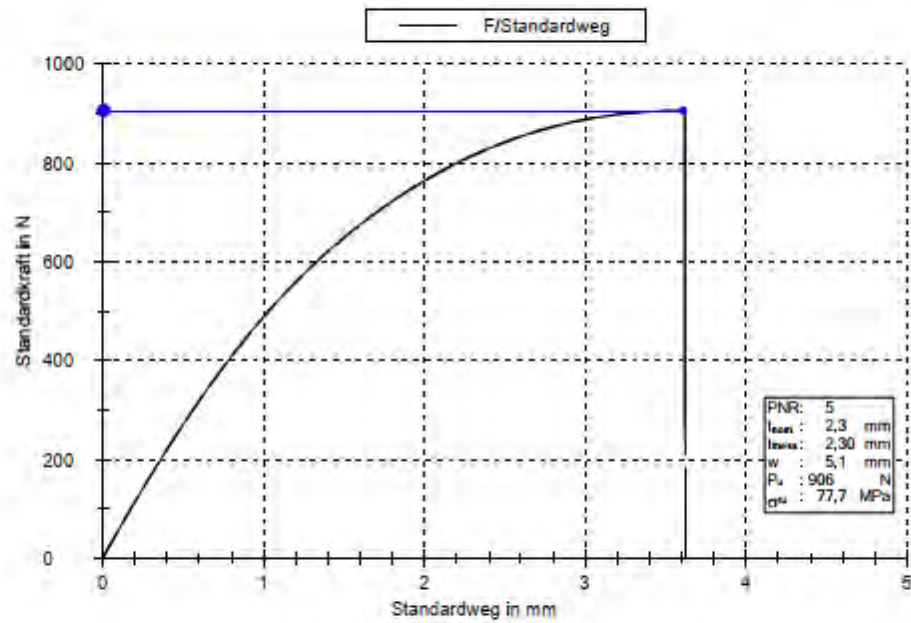
Bemerkung: Pr. 6 : Prüfgeschwindigkeit 0,5mm/min danach alle Proben mit 1mm/min













Institut für Faserverbundleichtbau und Adaptronik

Prüfverfahren: Zugversuch

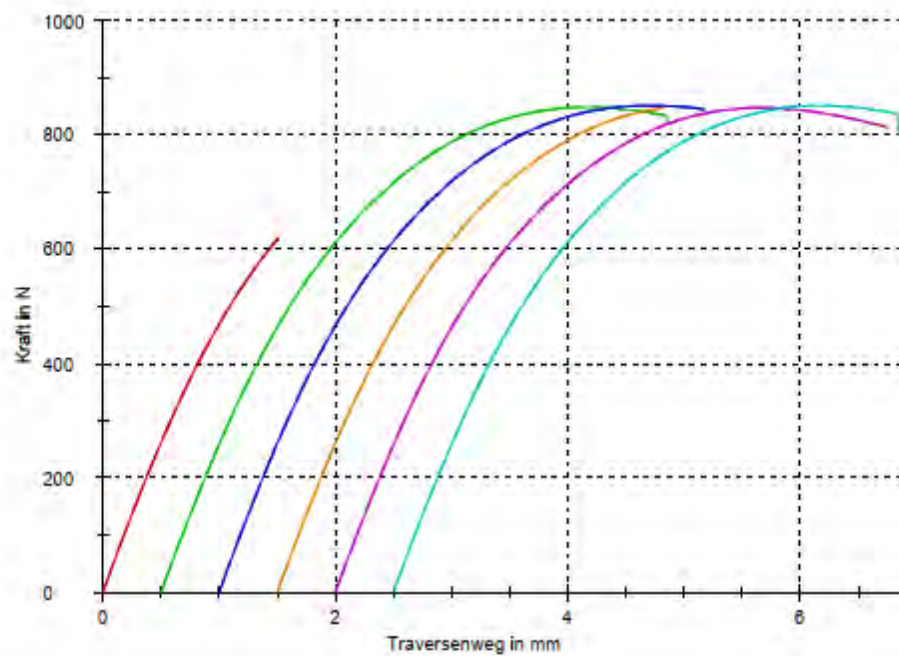
| | | | |
|-------------------|----------------|---------------------|-------------------------|
| Auftragsauswahl | : leer | Prüfnorm | : DIN EN ISO 527-2 |
| Projektname | : | Serienbezeichnung | : TEN-1K-150 |
| Auftraggeber | : | Prüfmaschine | : Zwick 1476 |
| Kostenträger | : | Kraftaufnehmer | : 5kN |
| Probenlaufplan-Nr | : 2015-008 | Letzte Kalibrierung | : 27.09.2016 |
| Prüfer | : C. Westphal | Wegaufnehmer | : Traverse / cross head |
| Prüfdatum | : 05.12.2016 | Probenhalter | : Eigenbau |
| Konditionierung | : 23°C 53% rel | Prüfgeschwindigkeit | : 1 mm/min |
| Prüfklima | : 23°C 53% rel | Freie Länge | : 58,0 mm |

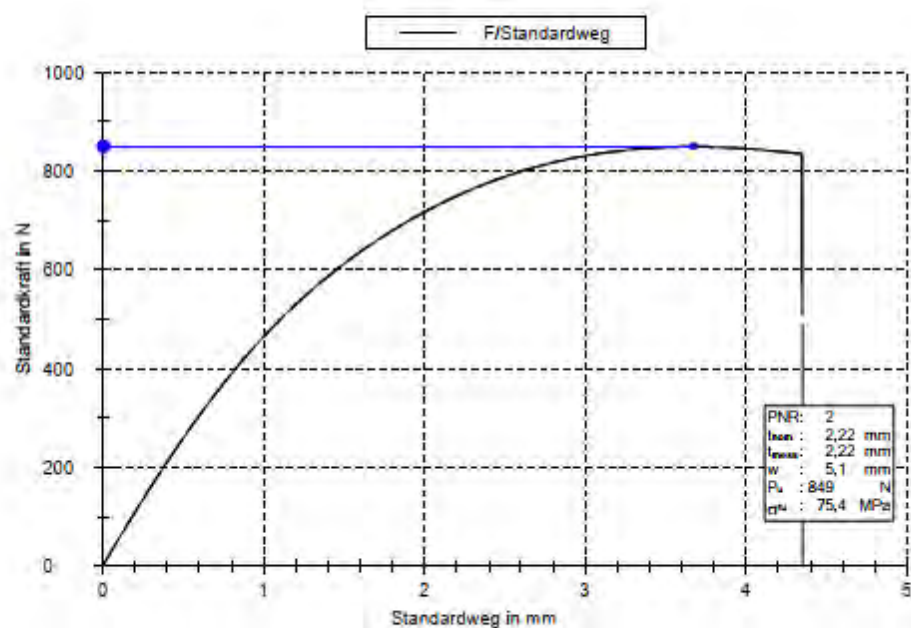
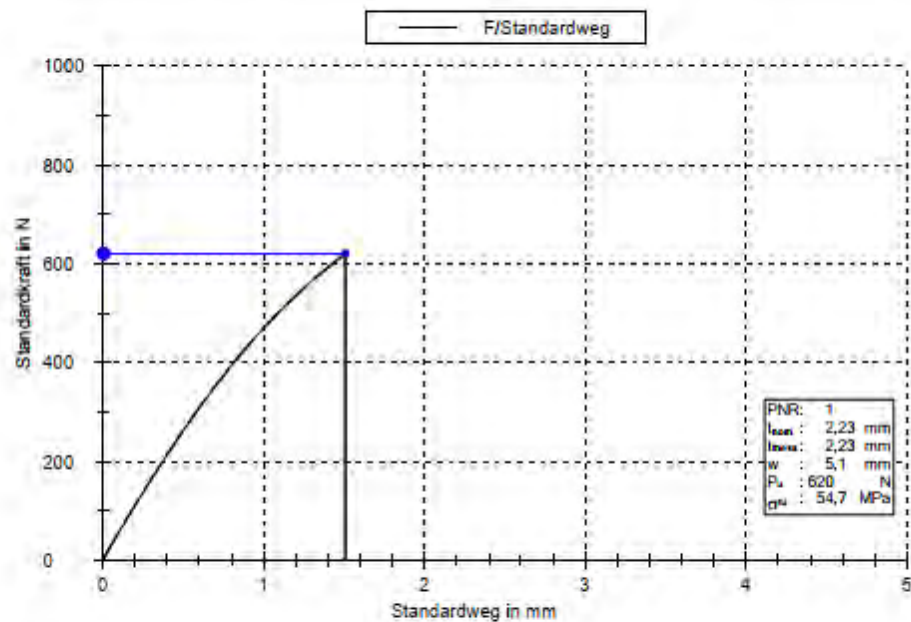
Ergebnisse

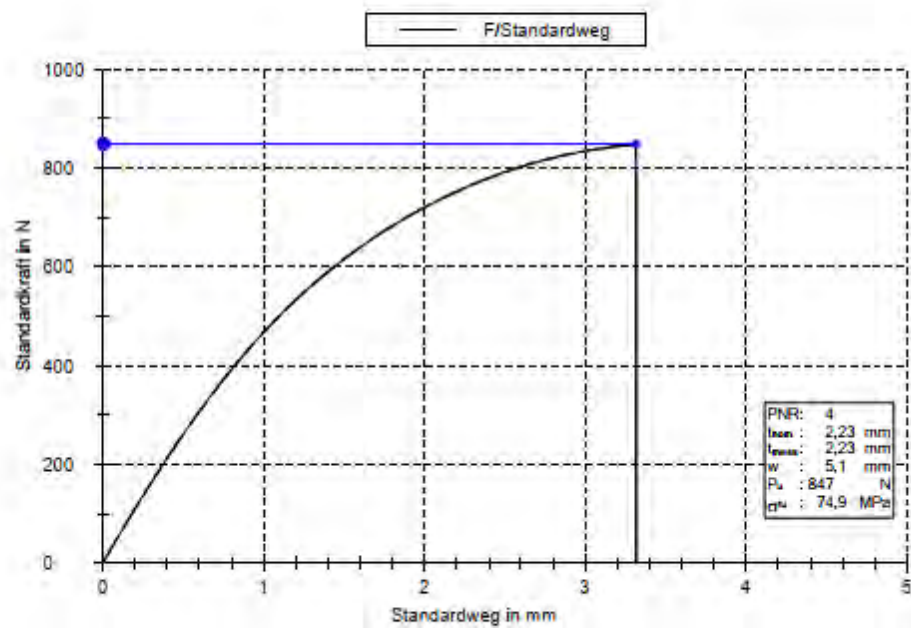
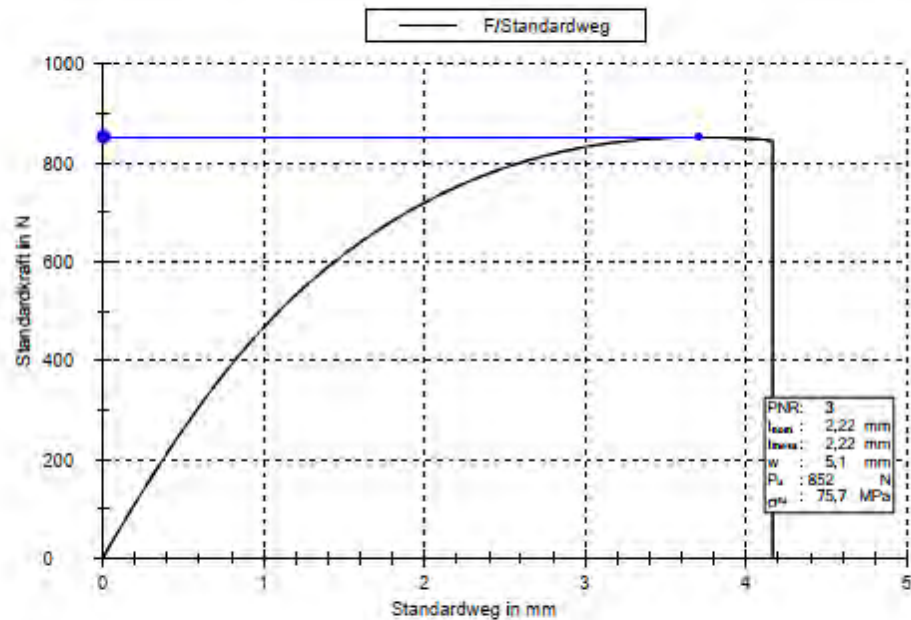
| Legende | PNR | t _{nom} mm | t _{mess} mm | w mm | P _u N | σ _{tu} MPa | |
|---------|-----|------------------------|-------------------------|---------|---------------------|------------------------|-----------------------------------|
| | 1 | 2,23 | 2,23 | 5,1 | 620 | 54,7 | Luft einschluß in der Bruchfläche |
| | 2 | 2,22 | 2,22 | 5,1 | 849 | 75,4 | |
| | 3 | 2,22 | 2,22 | 5,1 | 852 | 75,7 | |
| | 4 | 2,23 | 2,23 | 5,1 | 847 | 74,9 | |
| | 5 | 2,21 | 2,21 | 5,1 | 848 | 75,5 | |
| | 6 | 2,22 | 2,22 | 5,1 | 852 | 75,5 | |

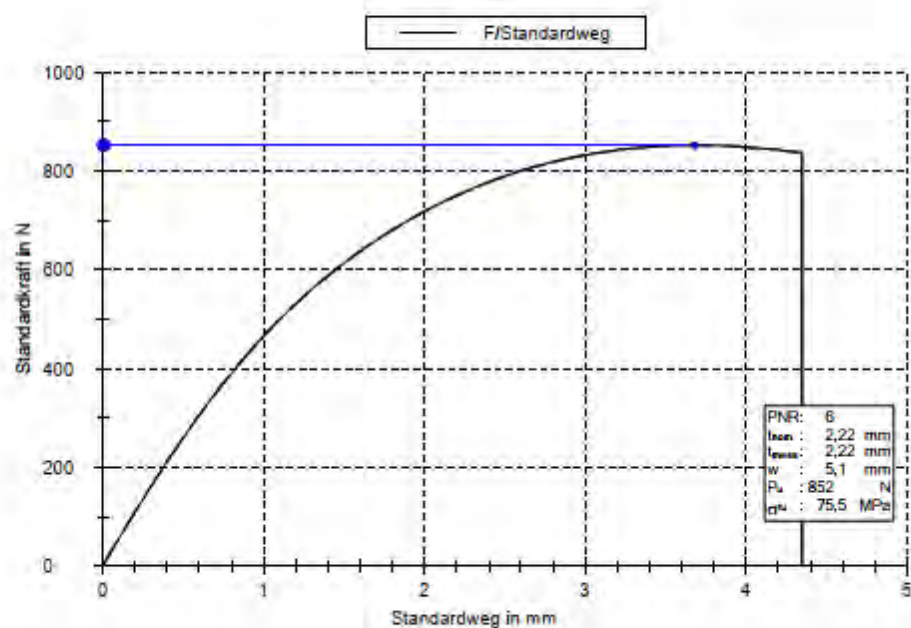
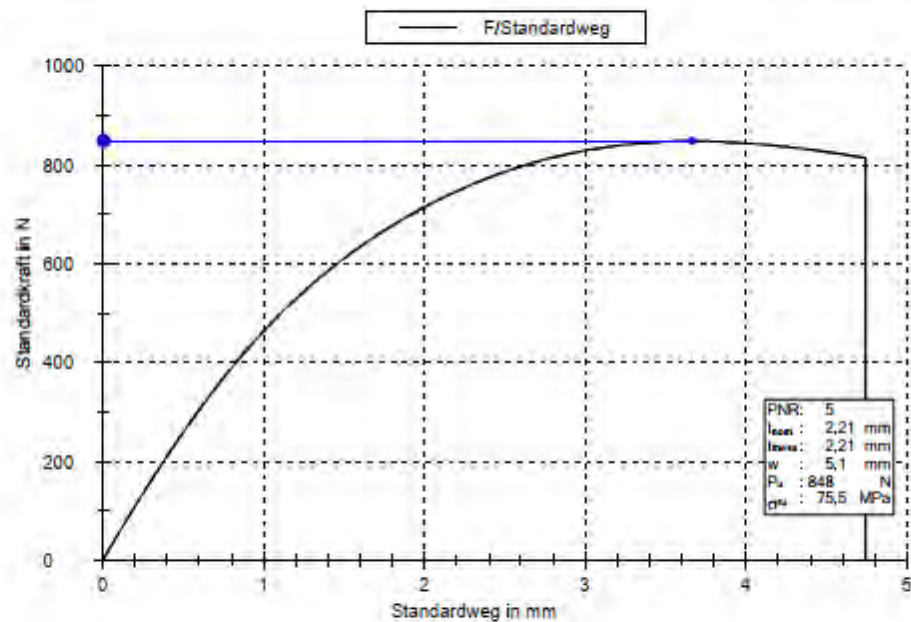
Bemerkung: -



















Institut für Faserverbundleichtbau und Adaptronik

Prüfverfahren: Zugversuch

| | | | |
|-------------------|----------------|---------------------|-------------------------|
| Auftragsauswahl | : leer | Prüfnorm | : DIN EN ISO 527-2 |
| Projektname | : | Serienbezeichnung | : TEN-3K-150 |
| Auftraggeber | : | Prüfmaschine | : Zwick 1476 |
| Kostenträger | : | Kraftaufnehmer | : 5kN |
| Probenlaufplan-Nr | : 2015-008 | Letzte Kalibrierung | : 27.09.2016 |
| Prüfer | : C. Westphal | Wegaufnehmer | : Traverse / cross head |
| Prüfdatum | : 05.12.2016 | Probenhalter | : Eigenbau |
| Konditionierung | : 23°C 53% rel | Prüfgeschwindigkeit | : 1 mm/min |
| Prüfklima | : 23°C 53% rel | Freie Länge | : 58,0 mm |

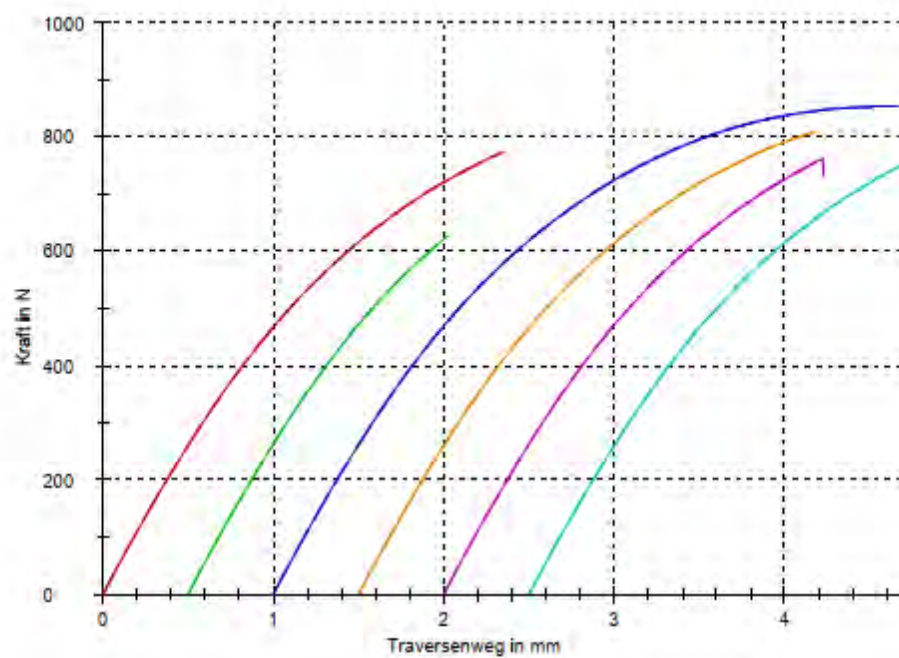
Ergebnisse

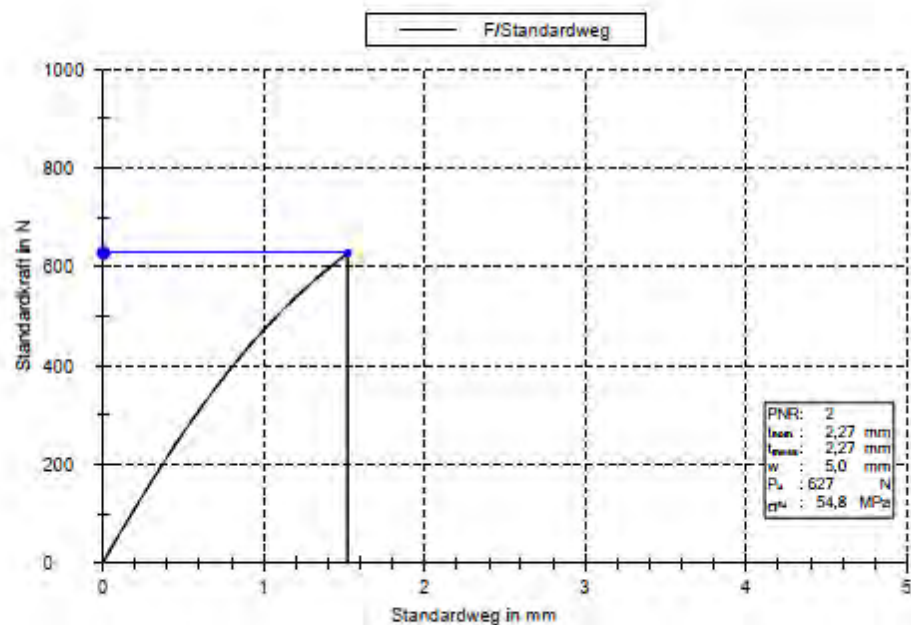
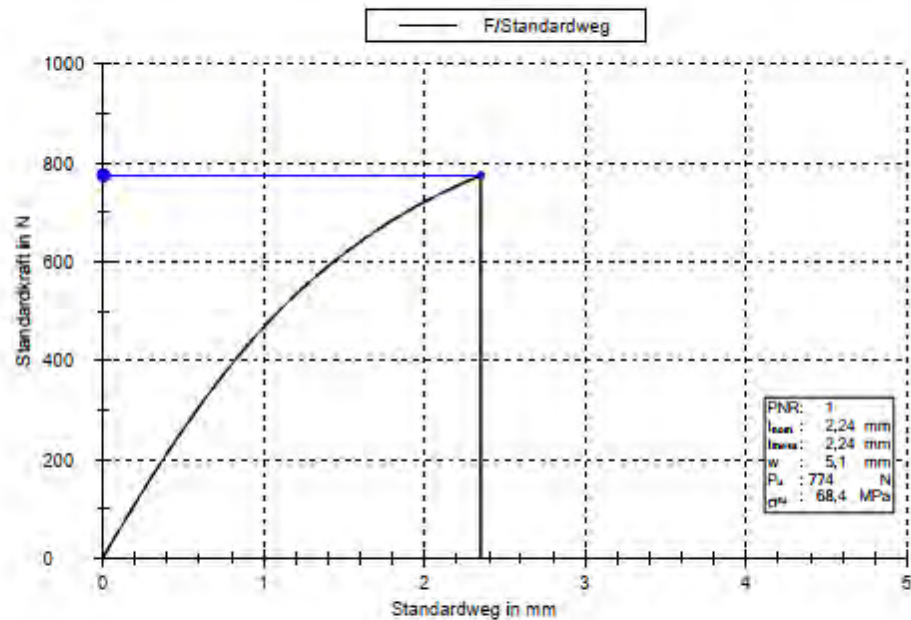
| Legende | PNR | t _{nom} mm | t _{mess} mm | w mm | P _u N | σ _{tu} MPa |
|---|-----|------------------------|-------------------------|---------|---------------------|------------------------|
|  | 1 | 2,24 | 2,24 | 5,1 | 774 | 68,4 |
|  | 2 | 2,27 | 2,27 | 5,0 | 627 | 54,8 |
|  | 3 | 2,25 | 2,25 | 5,0 | 854 | 75,3 |
|  | 4 | 2,25 | 2,25 | 5,0 | 810 | 71,4 |
|  | 5 | 2,26 | 2,26 | 5,0 | 763 | 67,0 |
|  | 6 | 2,26 | 2,26 | 5,0 | 752 | 66,2 |

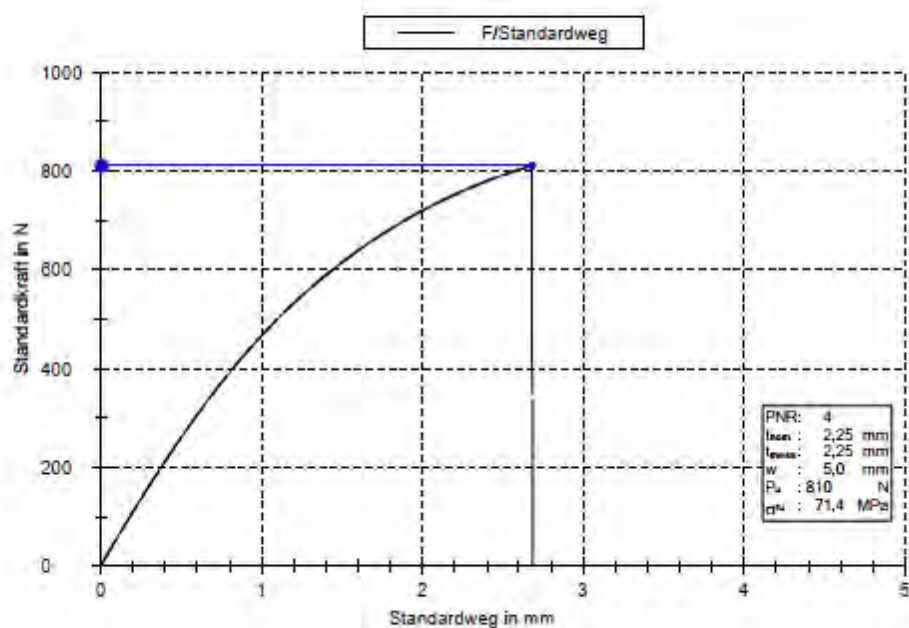
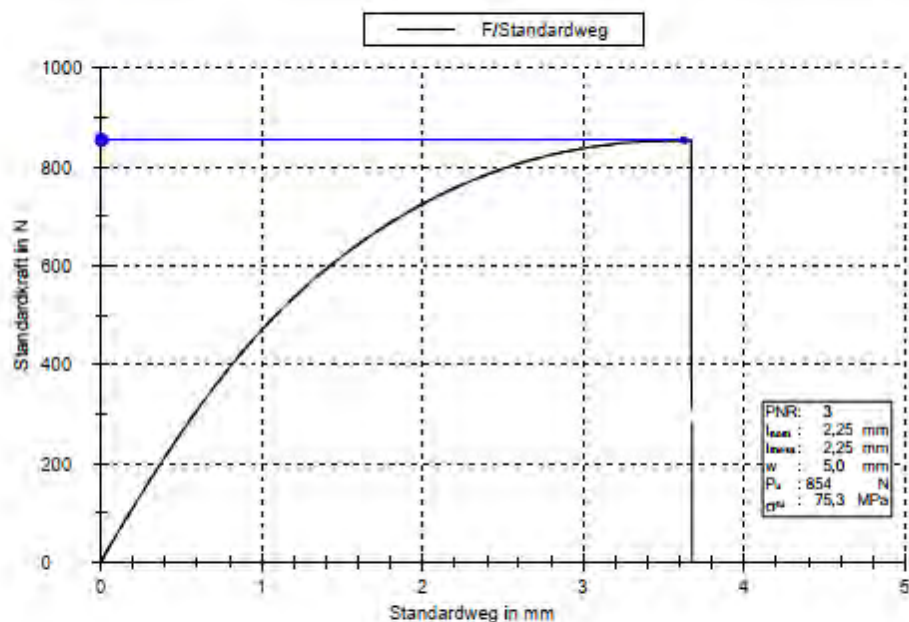
Lufteinschluß in der Bruchfläche

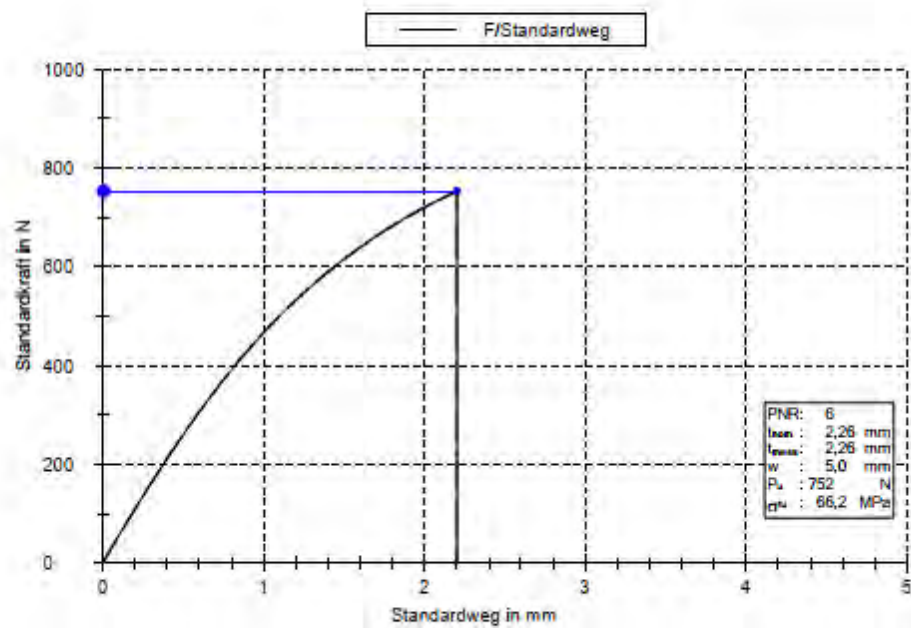
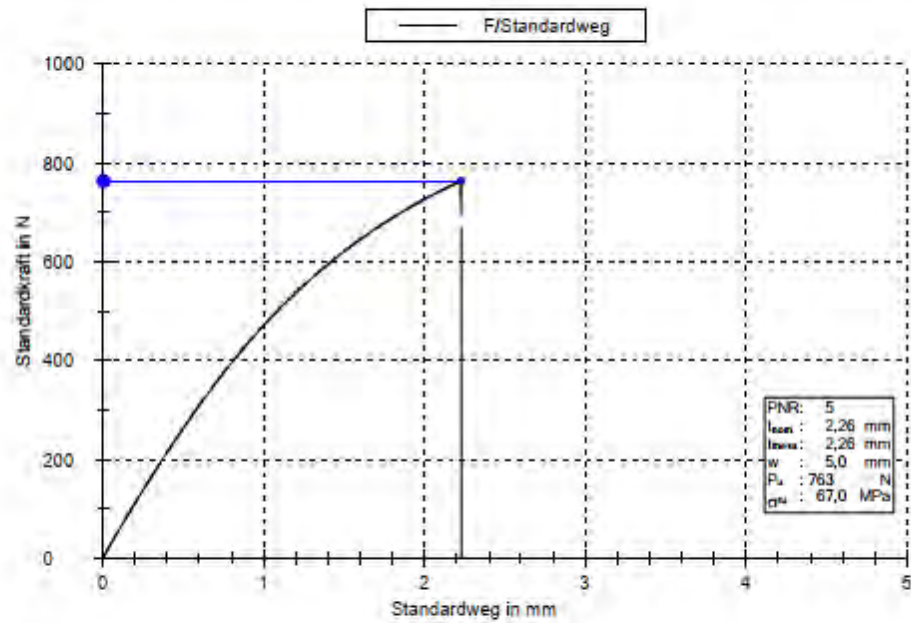
Bemerkung: -











Anhang E

Versuchsaufbau des Schub-Zugversuches mit Laserextensometer im Vordergrund und einer bereits geprüften, durch Zwischenfaserbrüche weiß verfärbten Probe

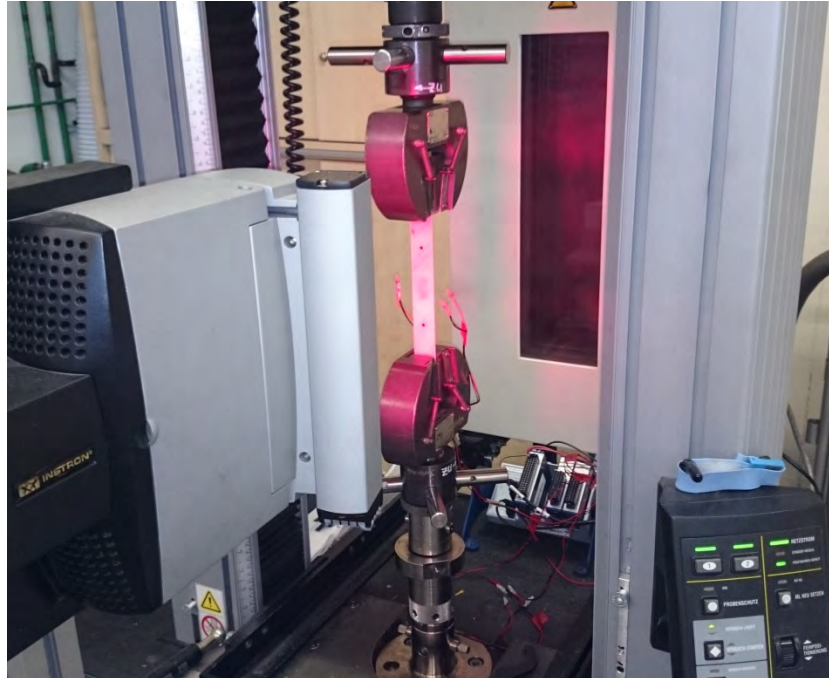


Tabelle der gemittelten Ergebnisse des Schub-Zugversuches an GFK-Proben

| | | F_m [kN] | τ_{12M} [Mpa] | G_{12} [Mpa] | $\tau_{12M 0,01}$ [Mpa] |
|-----------------------|-------|------------|--------------------|----------------|-------------------------|
| SHE_1K_130 | | | | | |
| Mittelwert | x | 4,40 | 43,75 | 3063,79 | 27,45 |
| Standardabweichung | s | 0,16 | 1,60 | 58,50 | 0,48 |
| Variationskoeffizient | v [%] | 3,68 | 3,65 | 1,91 | 1,77 |
| SHE_unget | | | | | |
| Mittelwert | x | 3,89 | 38,77 | 3441,45 | 29,49 |
| Standardabweichung | s | 0,15 | 1,36 | 32,33 | 0,32 |
| Variationskoeffizient | v [%] | 3,77 | 3,50 | 0,94 | 1,10 |
| SHE_3K_150 | | | | | |
| Mittelwert | x | 4,18 | 43,53 | 3187,67 | 28,55 |
| Standardabweichung | s | 0,05 | 0,57 | 37,26 | 0,30 |
| Variationskoeffizient | v [%] | 1,10 | 1,30 | 1,17 | 1,06 |
| SHE_1K_150 | | | | | |
| Mittelwert | x | 4,38 | 45,35 | 3161,91 | 28,39 |
| Standardabweichung | s | 0,05 | 0,49 | 45,25 | 0,31 |
| Variationskoeffizient | v [%] | 1,14 | 1,09 | 1,43 | 1,09 |
| SHE_3K_150_G | | | | | |
| Mittelwert | x | 4,27 | 44,15 | 3165,11 | 28,39 |
| Standardabweichung | s | 0,33 | 3,47 | 37,99 | 0,44 |
| Variationskoeffizient | v [%] | 7,71 | 7,85 | 1,20 | 1,57 |

Messdaten SHE_unget Seite 1

Results of Testing



TECHNISCHE UNIVERSITÄT BRAUNSCHWEIG
INSTITUT FÜR FÜGE- UND SCHWEISSTECHNIK
Materialprüfstelle für Schweißtechnik und Werkstoffe
Universitätsprofessor a.D. Dr.-Ing. Helmut Wohlfahrt
Universitätsprofessor Dr.-Ing. Klaus Dölger

Probe 1 bis 9

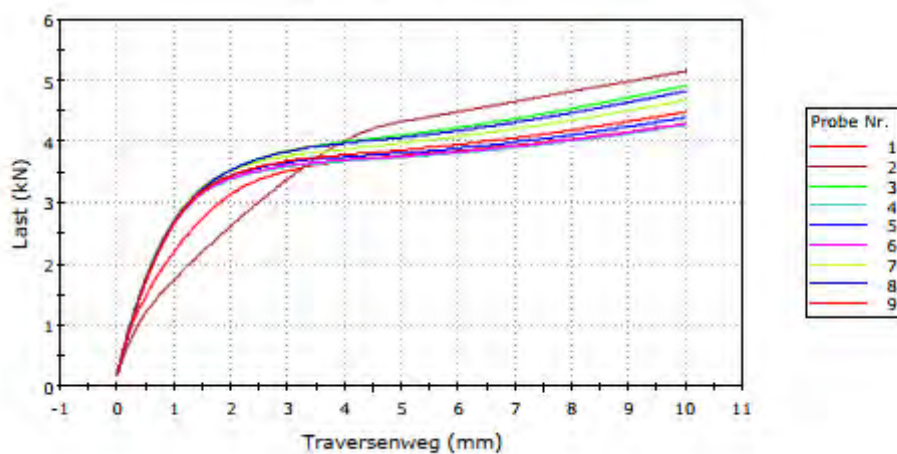
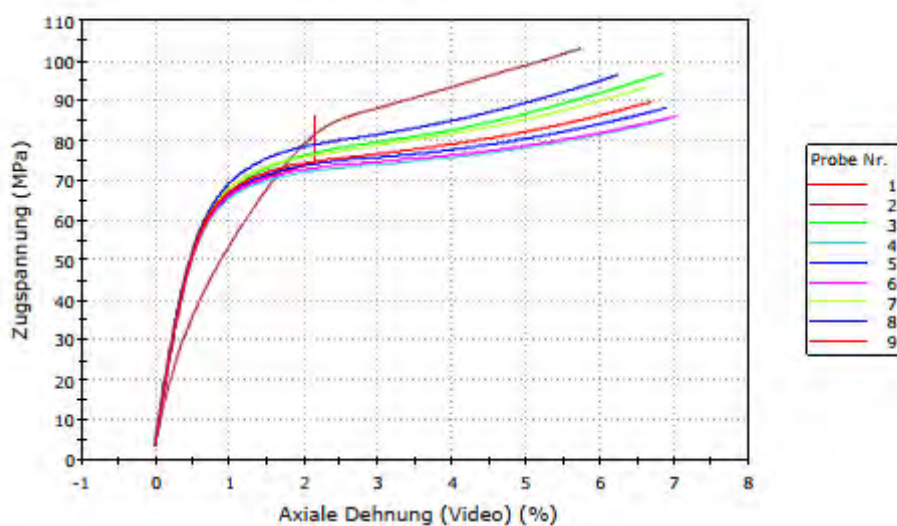


Diagramm 2

Probe 1 bis 9



Messdaten SHE_unget Seite 2

Results of Testing



| | Startdatum | Proben-beschriftung | Breite (mm) |
|--------------------|---------------------|--------------------------|-------------|
| X 1 | 29.11.2016 12:06:11 | E01_unget_11 | 24,91000 |
| 2 | 29.11.2016 12:21:28 | E01_unget_11_fortsetzung | 25,00000 |
| 3 | 29.11.2016 14:11:00 | E01_unget_01 | 25,01000 |
| 4 | 29.11.2016 14:32:17 | E01_unget_02 | 24,95000 |
| 5 | 29.11.2016 14:43:17 | E01_unget_03 | 24,93000 |
| 6 | 29.11.2016 14:58:41 | E01_unget_04 | 24,93000 |
| 7 | 29.11.2016 15:10:04 | E01_unget_05 | 24,96000 |
| 8 | 29.11.2016 15:20:29 | E01_unget_06 | 24,92000 |
| 9 | 29.11.2016 15:30:19 | E01_unget_07 | 24,91000 |
| Mittelwert | | | 24,95125 |
| Standardabweichung | | | 0,03682 |

| | Dicke (mm) | Querschnitt (mm ²) | Axiale Messlänge (Dehnungsquelle) (mm) |
|--------------------|------------|--------------------------------|--|
| X 1 | 2,01000 | 50,06910 | 79,73085 |
| 2 | 2,00000 | 50,00000 | 79,54702 |
| 3 | 2,03000 | 50,77030 | 79,39117 |
| 4 | 2,01000 | 50,14950 | 79,70766 |
| 5 | 2,00000 | 49,86000 | 79,67053 |
| 6 | 2,00000 | 49,86000 | 79,64864 |
| 7 | 2,01000 | 50,16960 | 79,52618 |
| 8 | 2,01000 | 50,08920 | 79,60986 |
| 9 | 2,01000 | 50,06910 | 79,58023 |
| Mittelwert | 2,00875 | 50,12096 | 79,58516 |
| Standardabweichung | 0,00991 | 0,28769 | 0,09966 |

| | Rate 1 (mm/min) |
|--------------------|-----------------|
| X 1 | 2,00000 |
| 2 | 2,00000 |
| 3 | 2,00000 |
| 4 | 2,00000 |
| 5 | 2,00000 |
| 6 | 2,00000 |
| 7 | 2,00000 |
| 8 | 2,00000 |
| 9 | 2,00000 |
| Mittelwert | 2,00000 |
| Standardabweichung | 0,00000 |

Standardwertetabelle

Texteingaben: Prüfmethode 2016_11_29_ZV_mit_Kamera

Messdaten SHE_1K_130 Seite 1

Results of Testing



TECHNISCHE UNIVERSITÄT BRAUNSCHWEIG
INSTITUT FÜR FÜGE- UND SCHWEISSTECHNIK
Materialprüfstelle für Schweißtechnik und Werkstoffe
Universitätsprofessor a.D. Dr.-Ing. Helmut Wohlfahrt
Universitätsprofessor Dr.-Ing. Klaus Dölger

Probe 1 bis 7

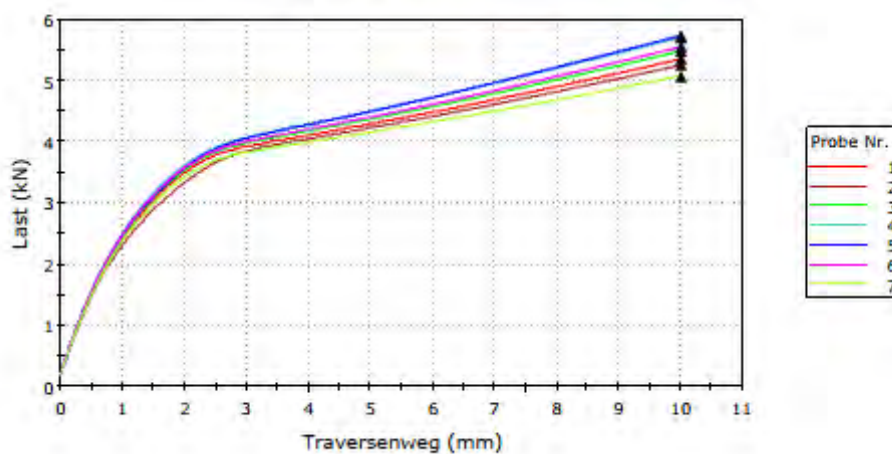
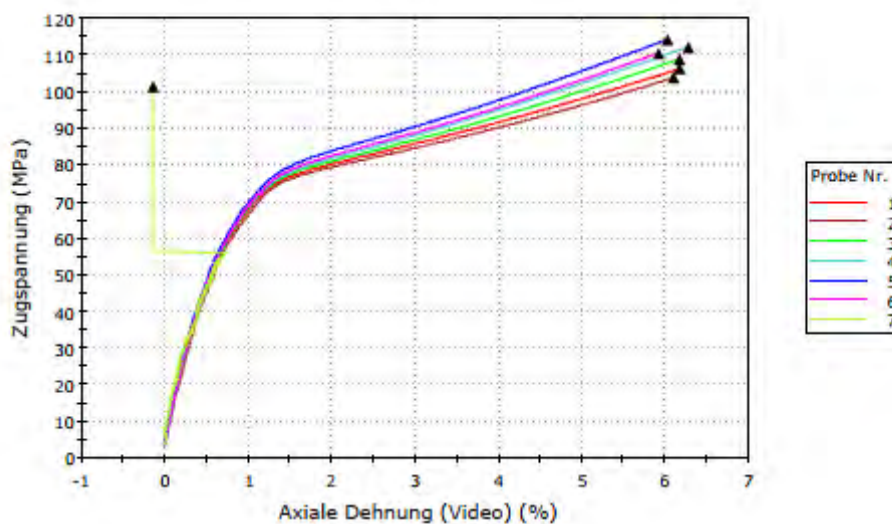


Diagramm 2

Probe 1 bis 7



Messdaten SHE_1K_130 Seite 2

Results of Testing



| | Startdatum | Proben-beschriftung | Breite (mm) |
|--------------------|---------------------|---------------------|-------------|
| 1 | 29.11.2016 15:50:40 | E01_01 | 24,90000 |
| 2 | 29.11.2016 16:02:05 | E01_02 | 24,90000 |
| 3 | 29.11.2016 16:10:29 | E01_03 | 24,91000 |
| 4 | 29.11.2016 16:20:05 | E01_04 | 24,90000 |
| 5 | 29.11.2016 16:31:02 | E01_05 | 24,94000 |
| 6 | 29.11.2016 16:41:17 | E01_06 | 24,93000 |
| 7 | 29.11.2016 16:51:02 | E01_07 | 24,91000 |
| Mittelwert | | | 24,91286 |
| Standardabweichung | | | 0,01604 |

| | Dicke (mm) | Querschnitt (mm ²) | Axiale Messlänge (Dehnungsquelle) (mm) |
|--------------------|------------|--------------------------------|--|
| 1 | 2,02000 | 50,29800 | 79,42720 |
| 2 | 2,03000 | 50,54700 | 79,39645 |
| 3 | 2,02000 | 50,31820 | 79,51973 |
| 4 | 2,04000 | 50,79600 | 79,54825 |
| 5 | 2,01000 | 50,12940 | 79,49693 |
| 6 | 2,01000 | 50,10930 | 79,55412 |
| 7 | 2,01000 | 50,06910 | 79,85102 |
| Mittelwert | 2,02000 | 50,32386 | 79,68481 |
| Standardabweichung | 0,01155 | 0,26526 | 23,29759 |

| | Rate 1 (mm/min) | Maximum Last (kN) |
|--------------------|-----------------|-------------------|
| 1 | 2,00000 | 5,34952 |
| 2 | 2,00000 | 5,25089 |
| 3 | 2,00000 | 5,47914 |
| 4 | 2,00000 | 5,69899 |
| 5 | 2,00000 | 5,73526 |
| 6 | 2,00000 | 5,54864 |
| 7 | 2,00000 | 5,07668 |
| Mittelwert | 2,00000 | 5,44845 |
| Standardabweichung | 0,00000 | 0,23911 |

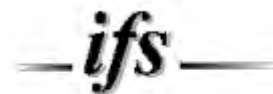
Standardwertetabelle

Texteingaben: Prüfmethode

2016_11_29_ZV_mit_Kamera

Messdaten SHE_1K_150 Seite 1

Results of Testing



TECHNISCHE UNIVERSITÄT BRAUNSCHWEIG
INSTITUT FÜR FÜGE- UND SCHWEISSTECHNIK
Materialprüfstelle für Schweißtechnik und Werkstoffe
Universitätsprofessor a.D. Dr.-Ing. Helmut Wohlfahrt
Universitätsprofessor Dr.-Ing. Klaus Dölger

Probe 1 bis 7

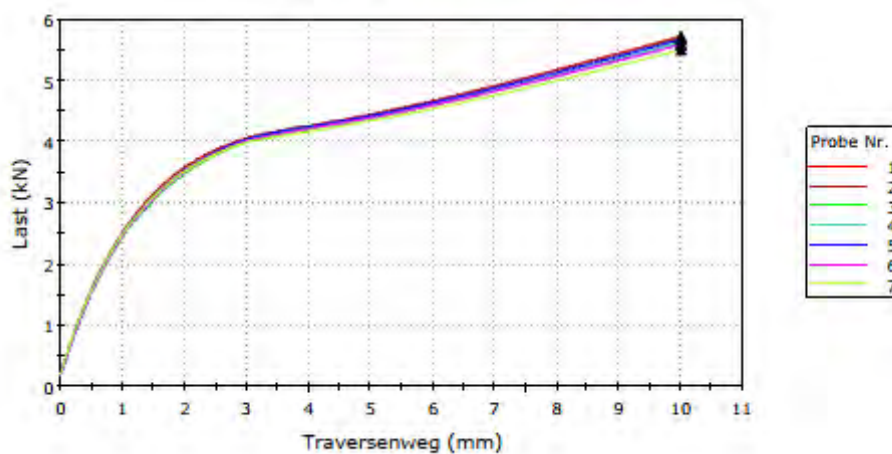
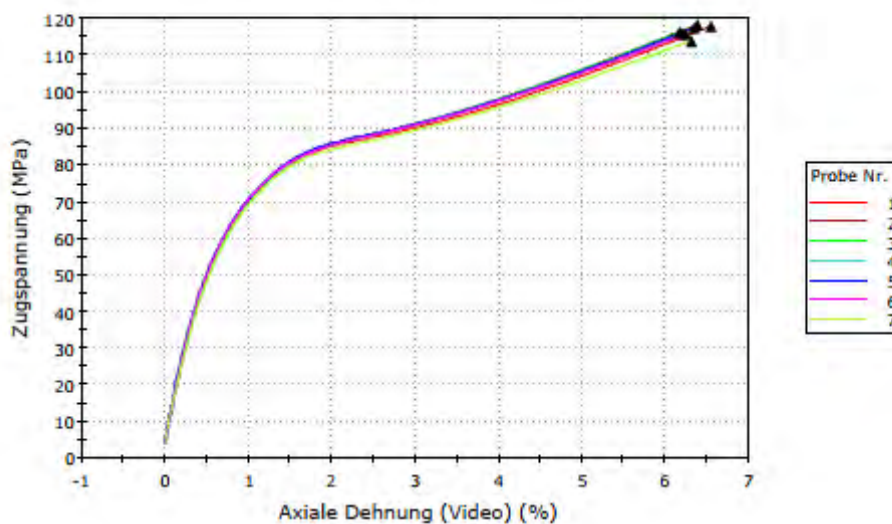


Diagramm 2

Probe 1 bis 7



Messdaten SHE_1K_150 Seite 2

Results of Testing



| | Startdatum | Proben-beschriftung | Breite (mm) |
|--------------------|---------------------|---------------------|-------------|
| 1 | 30.11.2016 09:35:37 | E02_R_01 | 25,12000 |
| 2 | 30.11.2016 09:46:24 | E02_R_02 | 25,12000 |
| 3 | 30.11.2016 09:54:36 | E02_R_03 | 25,11000 |
| 4 | 30.11.2016 10:04:08 | E02_R_04 | 25,10000 |
| 5 | 30.11.2016 10:12:28 | E02_R_05 | 25,10000 |
| 6 | 30.11.2016 10:23:13 | E02_R_06 | 25,11000 |
| 7 | 30.11.2016 10:32:26 | E02_R_07 | 25,13000 |
| Mittelwert | | | 25,11286 |
| Standardabweichung | | | 0,01113 |

| | Dicke (mm) | Querschnitt (mm ²) | Axiale Messlänge (Dehnungsquelle) (mm) |
|--------------------|------------|--------------------------------|--|
| 1 | 1,93000 | 48,48160 | 79,47426 |
| 2 | 1,92000 | 48,23040 | 79,47714 |
| 3 | 1,92000 | 48,21120 | 79,50091 |
| 4 | 1,93000 | 48,44300 | 79,58253 |
| 5 | 1,92000 | 48,19200 | 79,51044 |
| 6 | 1,92000 | 48,21120 | 79,34988 |
| 7 | 1,92000 | 48,24960 | 79,45116 |
| Mittelwert | 1,92286 | 48,28843 | 79,47804 |
| Standardabweichung | 0,00488 | 0,12063 | 0,07030 |

| | Rate 1 (mm/min) | Maximum Last (kN) |
|--------------------|-----------------|-------------------|
| 1 | 2,00000 | 5,72166 |
| 2 | 2,00000 | 5,70869 |
| 3 | 2,00000 | 5,60707 |
| 4 | 2,00000 | 5,61523 |
| 5 | 2,00000 | 5,67094 |
| 6 | 2,00000 | 5,58745 |
| 7 | 2,00000 | 5,49901 |
| Mittelwert | 2,00000 | 5,63001 |
| Standardabweichung | 0,00000 | 0,07744 |

Standardwertetabelle

Texteingaben: Prüfmethode

2016_11_29_ZV_mit_Kamera

Messdaten SHE_3K_150 Seite 1

Results of Testing



TECHNISCHE UNIVERSITÄT BRAUNSCHWEIG
INSTITUT FÜR FÜGE- UND SCHWEISSTECHNIK
Materialprüfstelle für Schweißtechnik und Werkstoffe
Universitätsprofessor a.D. Dr.-Ing. Helmut Wohlfahrt
Universitätsprofessor Dr.-Ing. Klaus Dölger

Probe 1 bis 7

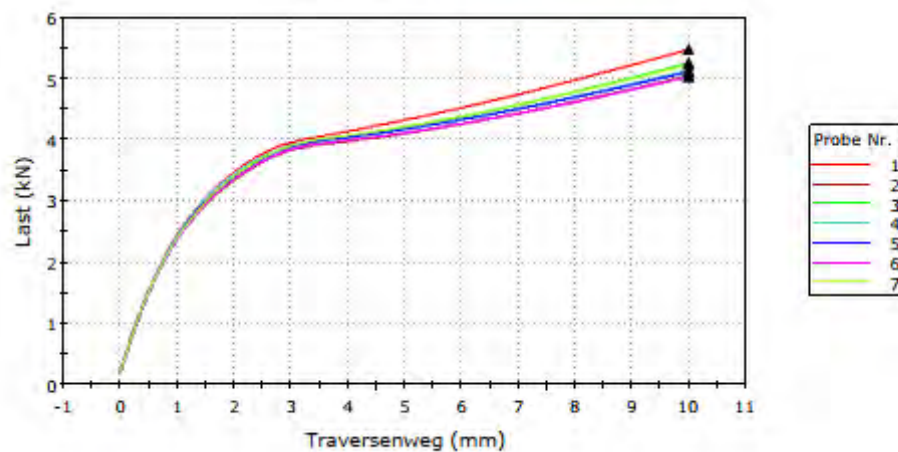
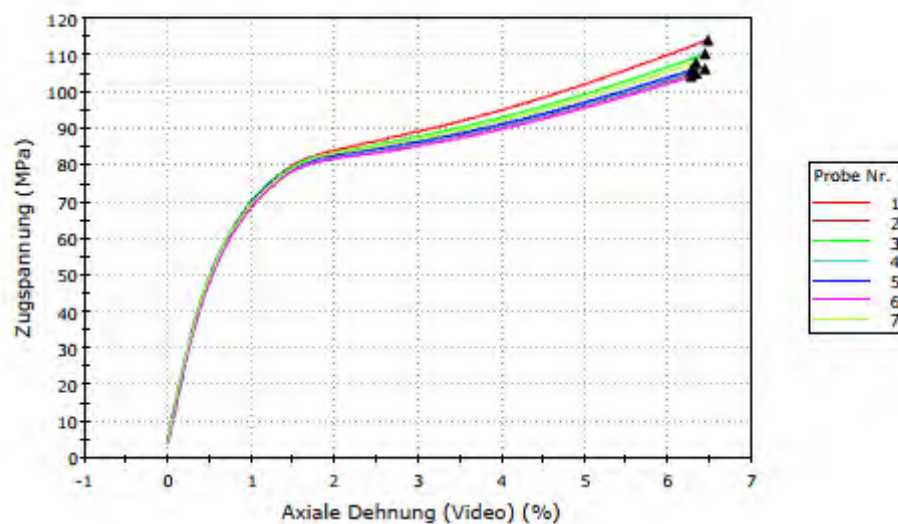


Diagramm 2

Probe 1 bis 7



Messdaten SHE_3K_150 Seite 2

Results of Testing



| | Startdatum | Proben-beschriftung | Breite (mm) |
|--------------------|---------------------|---------------------|-------------|
| 1 | 30.11.2016 08:18:05 | E02_L_01 | 24,96000 |
| 2 | 30.11.2016 08:28:54 | E02_L_02 | 24,94000 |
| 3 | 30.11.2016 08:38:37 | E02_L_03 | 24,92000 |
| 4 | 30.11.2016 08:47:58 | E02_L_04 | 24,97000 |
| 5 | 30.11.2016 08:57:12 | E02_L_05 | 24,98000 |
| 6 | 30.11.2016 09:05:54 | E02_L_06 | 24,99000 |
| 7 | 30.11.2016 09:14:33 | E02_L_07 | 25,05000 |
| Mittelwert | | | 24,97286 |
| Standardabweichung | | | 0,04152 |

| | Dicke (mm) | Querschnitt (mm ²) | Axiale Messlänge (Dehnungsquelle) (mm) |
|--------------------|------------|--------------------------------|--|
| 1 | 1,92000 | 47,92320 | 79,52589 |
| 2 | 1,92000 | 47,88480 | 79,44601 |
| 3 | 1,91000 | 47,59720 | 79,54224 |
| 4 | 1,93000 | 48,19210 | 79,44907 |
| 5 | 1,93000 | 48,21140 | 79,57779 |
| 6 | 1,93000 | 48,23070 | 79,41319 |
| 7 | 1,93000 | 48,34650 | 79,46952 |
| Mittelwert | 1,92429 | 48,05513 | 79,48910 |
| Standardabweichung | 0,00787 | 0,26300 | 0,06007 |

| | Rate 1 (mm/min) | Maximum Last (kN) |
|--------------------|-----------------|-------------------|
| 1 | 2,00000 | 5,47630 |
| 2 | 2,00000 | 5,04428 |
| 3 | 2,00000 | 5,25251 |
| 4 | 2,00000 | 5,13764 |
| 5 | 2,00000 | 5,11055 |
| 6 | 2,00000 | 5,02947 |
| 7 | 2,00000 | 5,22581 |
| Mittelwert | 2,00000 | 5,18236 |
| Standardabweichung | 0,00000 | 0,15428 |

Standardwertetabelle

Texteingaben: Prüfmethode

2016_11_29_ZV_mit_Kamera

Messdaten SHE_3K_150_G Seite 1

Results of Testing



TECHNISCHE UNIVERSITÄT BRAUNSCHWEIG
INSTITUT FÜR FÜGE- UND SCHWEISSTECHNIK
Materialprüfstelle für Schweißtechnik und Werkstoffe
Universitätsprofessor a.D. Dr.-Ing. Helmut Wohlfahrt
Universitätsprofessor Dr.-Ing. Klaus Dölger

Probe 1 bis 7

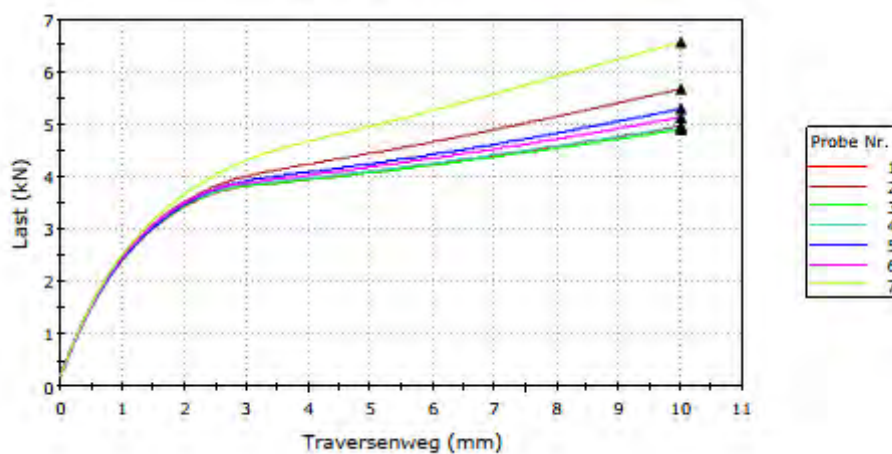
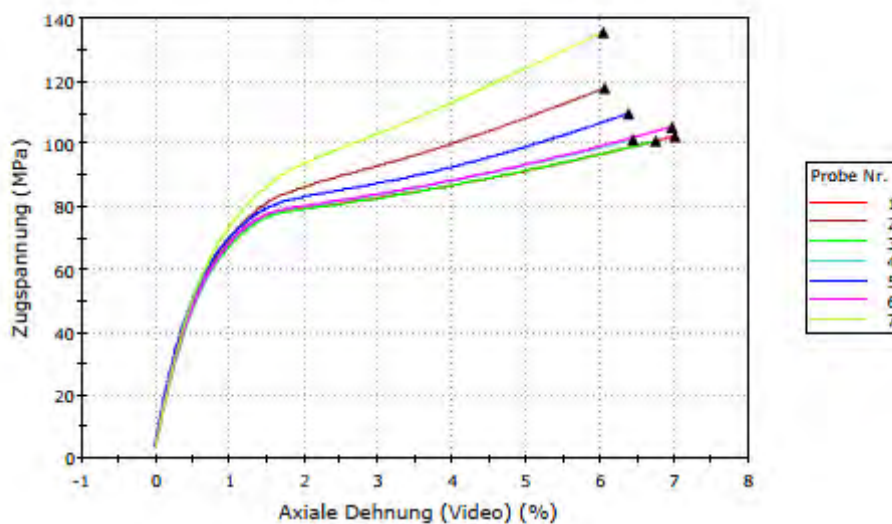


Diagramm 2

Probe 1 bis 7



Messdaten SHE_3K_150_G Seite 2

Results of Testing

— *ifs* —

| | Startdatum | Proben-beschriftung | Breite (mm) |
|--------------------|---------------------|---------------------|-------------|
| 1 | 29.11.2016 17:03:34 | G01_L_01 | 25,10000 |
| 2 | 29.11.2016 17:14:33 | G01_L_02 | 24,80000 |
| 3 | 29.11.2016 17:24:27 | G01_L_03 | 25,16000 |
| 4 | 29.11.2016 17:33:14 | G01_L_04 | 25,32000 |
| 5 | 29.11.2016 17:42:09 | G01_L_05 | 25,11000 |
| 6 | 30.11.2016 07:54:35 | G01_L_06 | 25,16000 |
| 7 | 30.11.2016 08:04:51 | G01_L_07 | 25,21000 |
| Mittelwert | | | 25,12286 |
| Standardabweichung | | | 0,16028 |

| | Dicke (mm) | Querschnitt (mm ²) | Axiale Messlänge (Dehnungsquelle) (mm) |
|--------------------|------------|--------------------------------|--|
| 1 | 1,92000 | 48,19200 | 79,64729 |
| 2 | 1,94000 | 48,11200 | 79,51230 |
| 3 | 1,93000 | 48,55880 | 79,34055 |
| 4 | 1,93000 | 48,86760 | 79,47678 |
| 5 | 1,92000 | 48,21120 | 79,58156 |
| 6 | 1,93000 | 48,55880 | 79,40939 |
| 7 | 1,92000 | 48,40320 | 79,63435 |
| Mittelwert | 1,92714 | 48,41480 | 79,51460 |
| Standardabweichung | 0,00756 | 0,26752 | 0,11491 |

| | Rate 1 (mm/min) | Maximum Last (kN) |
|--------------------|-----------------|-------------------|
| 1 | 2,00000 | 4,94940 |
| 2 | 2,00000 | 5,67353 |
| 3 | 2,00000 | 4,90301 |
| 4 | 2,00000 | 4,95654 |
| 5 | 2,00000 | 5,29552 |
| 6 | 2,00000 | 5,13263 |
| 7 | 2,00000 | 6,56253 |
| Mittelwert | 2,00000 | 5,35331 |
| Standardabweichung | 0,00000 | 0,59724 |

Standardwertetabelle

Texteingaben: Prüfmethode

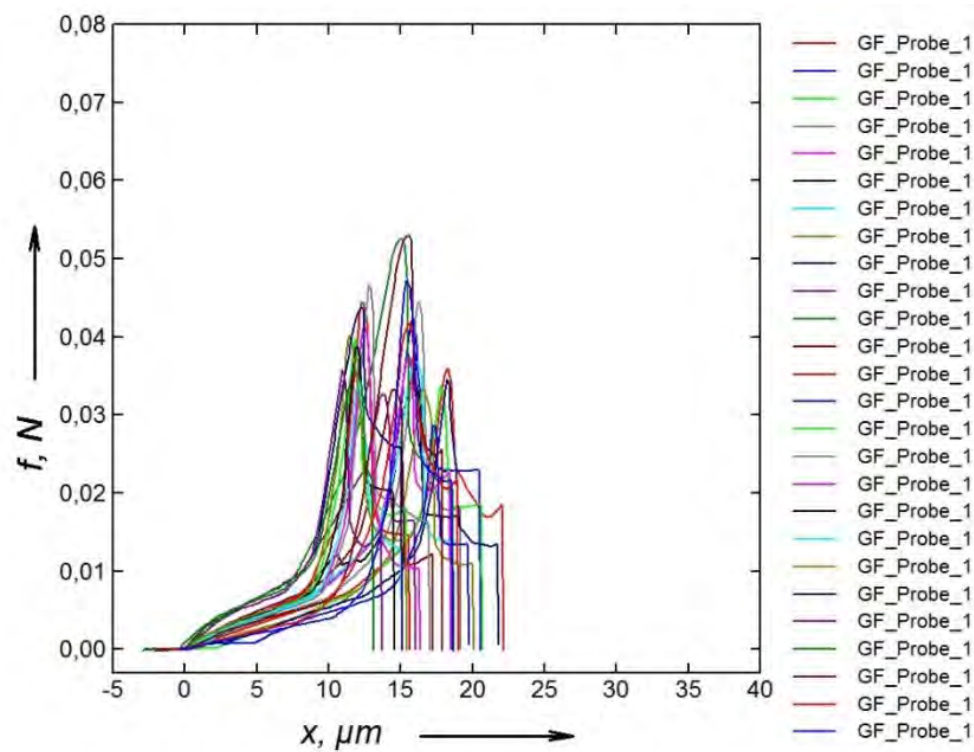
2016_11_29_ZV_mit_Kamera

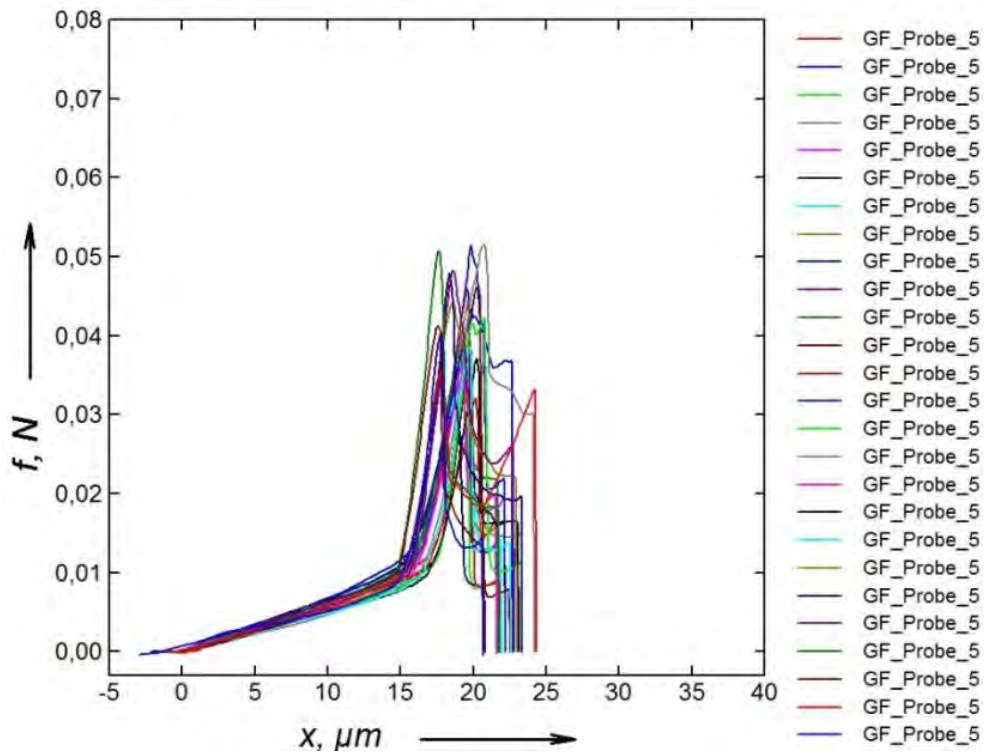
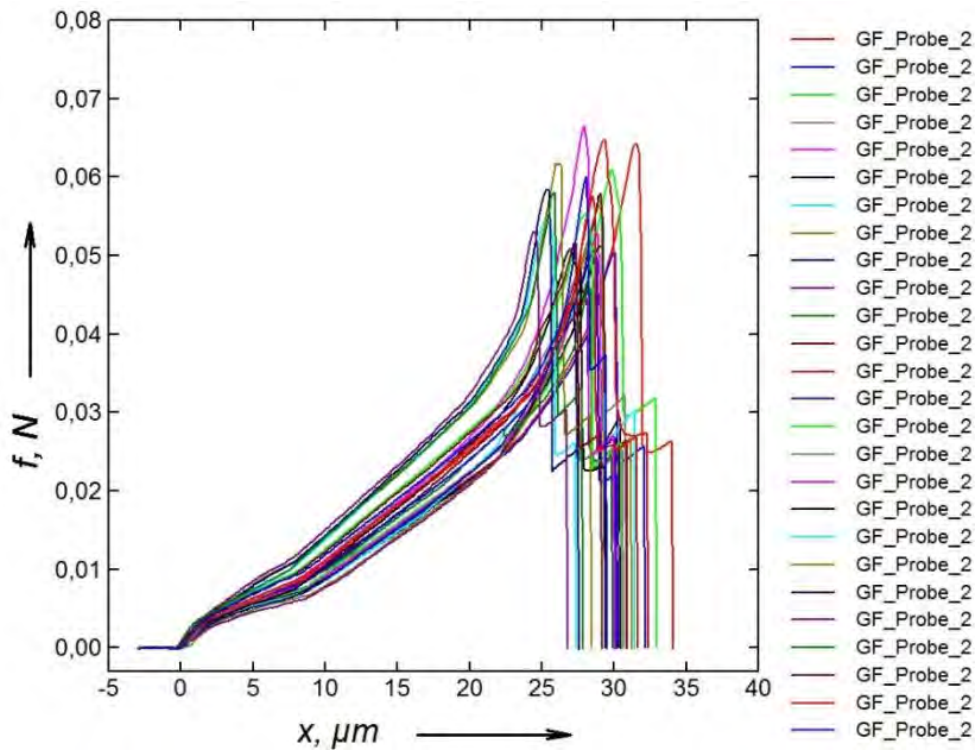
Anhang F

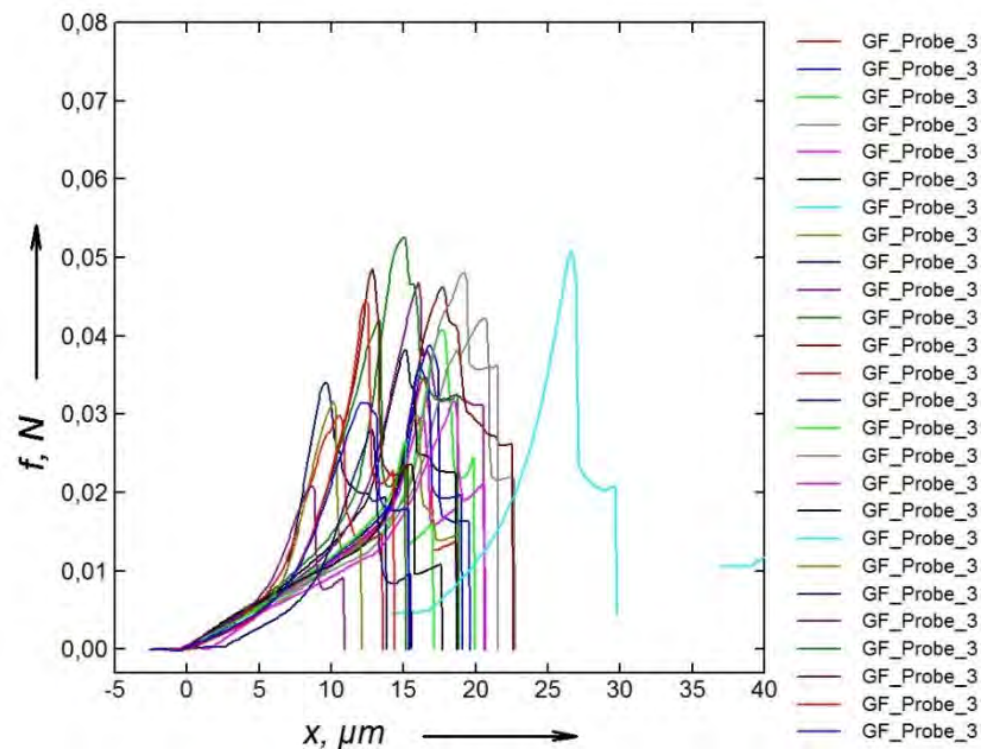
Tabelle der gemittelten Ergebnisse des Fiber Push-Out Versuches

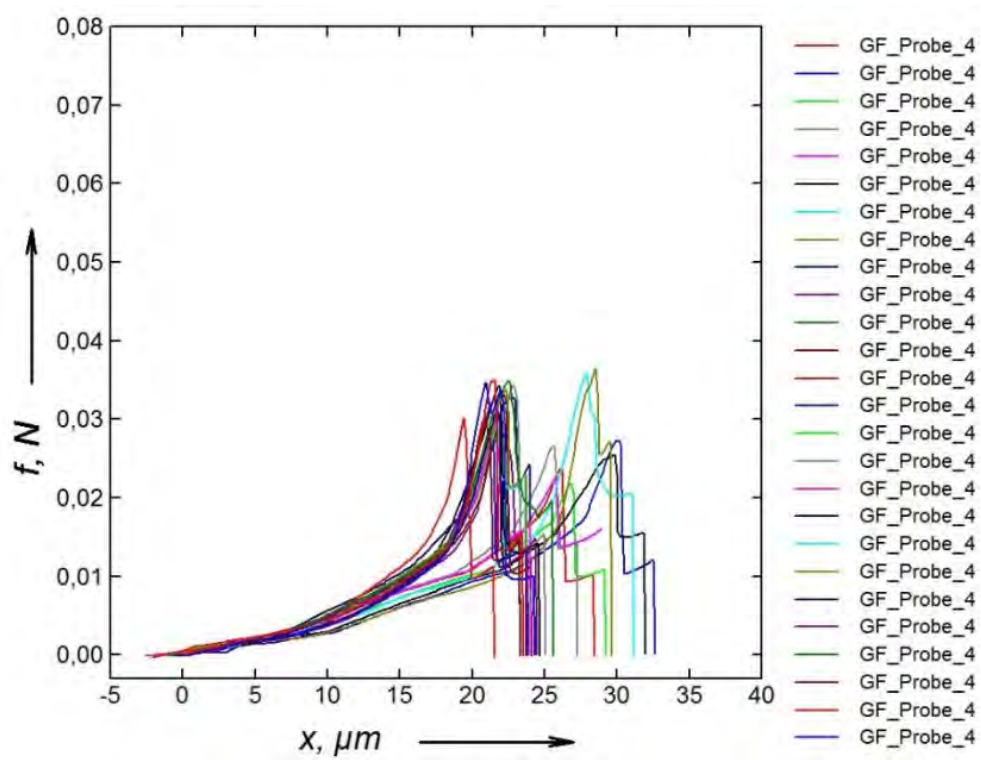
| | FP_unget | FP_1K_130 | FP_1K_150 | FP_3K_150 | FP_3K_150_G |
|---|----------|-----------|-----------|-----------|-------------|
| Mittlere Maximalkraft $F_{\max.} [N]$ | 3,94E-02 | 4,13E-02 | 5,49E-02 | 3,74E-02 | 3,06E-02 |
| Standardabweichung | 6,11E-03 | 5,81E-03 | 5,93E-03 | 8,78E-03 | 4,13E-03 |
| Variationskoeffizient % | 15,5 | 14,1 | 10,8 | 23,5 | 13,5 |
| | | | | | |
| Mittlere Scherfestigkeit $\sigma [Pa]$ | 6,63E+04 | 7,11E+04 | 1,05E+05 | 8,35E+04 | 7,26E+04 |
| Standardabweichung | 1,03E+04 | 1,00E+04 | 1,13E+04 | 1,96E+04 | 9,79E+03 |
| Variationskoeffizient % | 15,5 | 14,1 | 10,8 | 23,5 | 13,5 |

Kraft-Weg-Kurven der Faser Push-Out Versuche an FP_unget



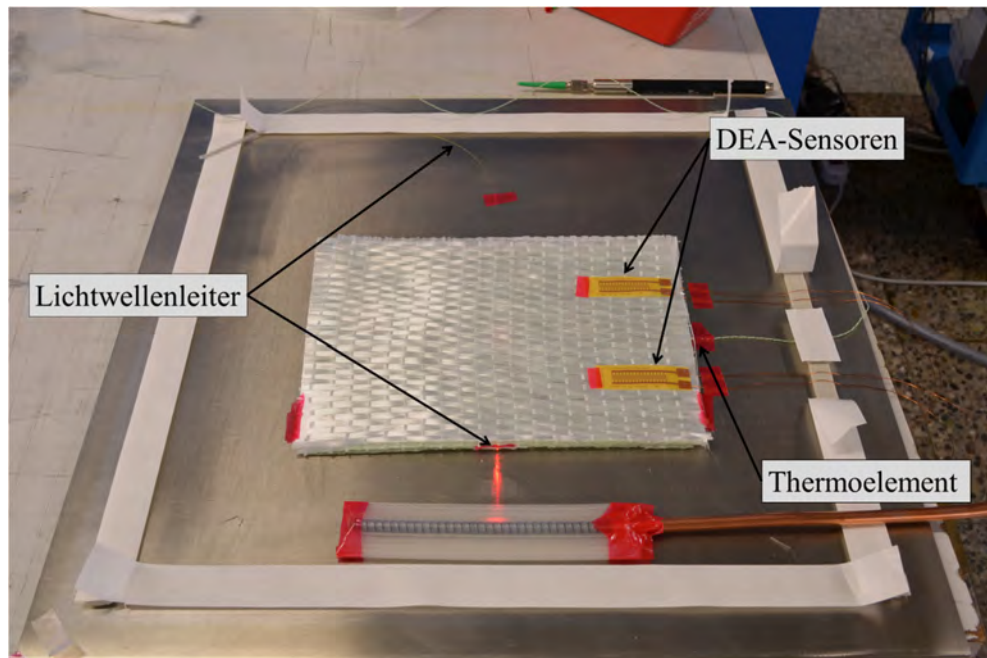
Kraft-Weg-Kurven der Faser Push-Out Versuche an FP_1K_130**Kraft-Weg-Kurven der Faser Push-Out Versuche an FP_1K_150**

Kraft-Weg-Kurven der Faser Push-Out Versuche an FP_3K_150**Kraft-Weg-Kurven der Faser Push-Out Versuche an FP_3K_150_G**

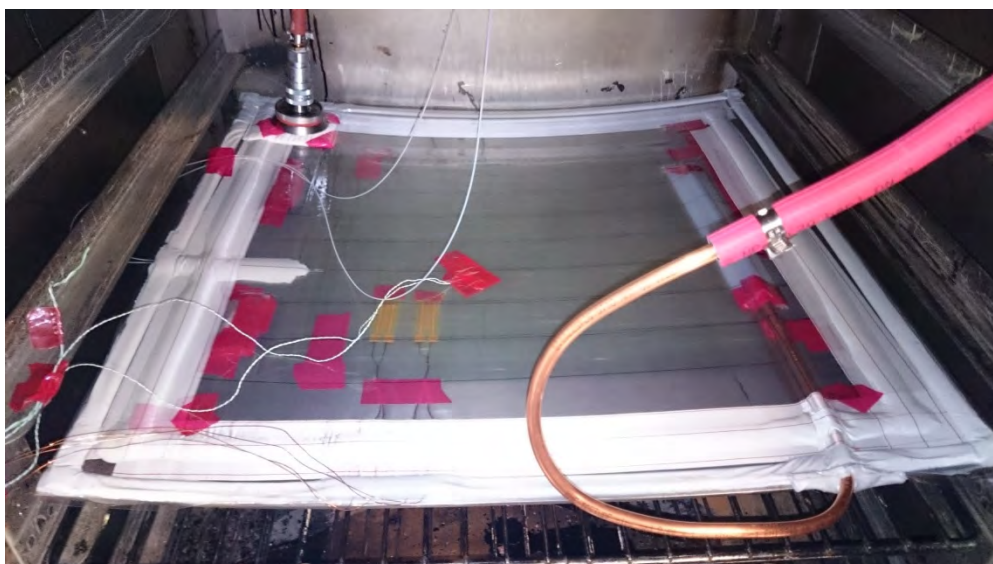


Anhang G

Fertigungsaufbau mit Fasermaterial und Sensoren zur Ermittlung der prozessinduzierten Eigenspannungen an GFK-Laminaten, ebene Platte



Fertigungsaufbau zur Ermittlung der prozessinduzierten Eigenspannungen an GFK-Laminaten nach der Harzinfusion, gekrümmtes Panel



DSC-Untersuchung zur Glasübergangstemperatur der Platten zur Bestimmung der Eigenspannungen

